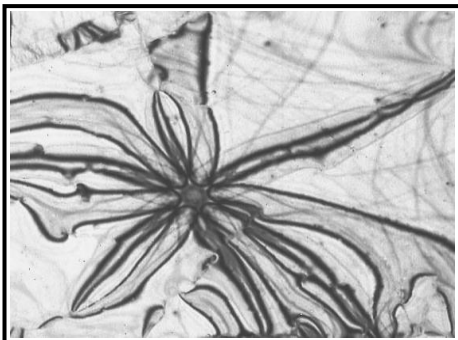


**А.Г. Багмут, И.А. Багмут,  
В.М. Косевич, Г.П. Николайчук,  
Н.А. Резник**



**ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ**

**СБОРНИК ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ  
И ЗАДАЧ С РЕШЕНИЯМИ**

Харьков 2016



**БАГМУТ** Александр Григорьевич. Доктор физ.-мат наук, профессор, зав. кафедрой теоретической и экспериментальной физики НТУ «ХПИ». Специалист в области электронной микроскопии, структуры и фазовых превращений в тонких пленках, член Европейского общества микроскопии.



**БАГМУТ** Иван Александрович. Кандидат технических наук, доцент кафедры систем и процессов управления Национального технического университета «ХПИ». Программист.



**КОСЕВИЧ** Вадим Маркович. Доктор физ.-мат. наук, профессор. Основатель и первый заведующий кафедрой теоретической и экспериментальной физики Национального технического университета «ХПИ». Специалист в области электронной микроскопии и физики тонких пленок.



**НИКОЛАЙЧУК** Григорий Павлович. Кандидат физ.-мат. наук, доцент кафедры теоретической и экспериментальной физики Национального технического университета «ХПИ». Специалист в области физики тонких пленок, фазовых превращений и электронной микроскопии.



**РЕЗНИК** Николай Александрович. Инженер 1-й категории кафедры теоретической и экспериментальной физики Национального технического университета «ХПИ» Специалист в области препарирования объектов микроскопии и технического обслуживания электронных микроскопов.

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ УКРАИНЫ  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
«Харьковский политехнический институт»

## **ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ**

### **СБОРНИК ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ И ЗАДАЧ С РЕШЕНИЯМИ**

Утверждено  
редакционно-издательским  
советом университета,  
протокол № 2 от 25.06.15 г.

Харьков  
НТУ «ХПИ»  
2016

УДК 548.4/620.18

ББК 22.31/32я7

Э 45

Рецензенты:

*С.В. Малыхин*, д-р физ.-мат. наук, профессор,  
зав. каф. физики металлов и полупроводников НТУ «ХПИ»;

*С.И. Шевченко*, д-р физ.-мат. наук, лауреат Государственной премии Украины,  
ведущий научный сотрудник ФТИНТ НАНУ.

Авторский коллектив:

А.Г. Багмут, И.А. Багмут, В.М. Косевич,  
Г.П. Николайчук, Н.А. Резник

У збірнику наведено 8 лабораторних робіт, 31 задача з докладними розв'язаннями та 15 задач для самостійного розв'язання з основних розділів, що стосуються просвічувальної електронної мікроскопії. Додаток містить опис та листинги програм, які використовуються в лабораторних роботах 6, 7 та 8.

Призначено для студентів, аспірантів і викладачів фізико-технічних і матеріалознавчих спеціальностей.

**Э 45 Электронная микроскопия: сборник лабораторных работ и задач с решениями / А.Г. Багмут, И.А. Багмут, В.М. Косевич и др.— Х.: НТУ «ХПИ», 2015. — 228 с. — На рус. яз.**

ISBN 978-617-05-0201-8

В сборнике приведены 8 лабораторных работ, 31 задача с подробными решениями и 15 задач для самостоятельного решения, касающихся основных разделов просвечивающей электронной микроскопии. Приложение содержит описание и листинги программ, которые использованы в лабораторных работах 6, 7 и 8.

Предназначено для студентов, аспирантов и преподавателей физико-технических и материаловедческих специальностей.

Ил. 107. Табл. 19. Библиогр. 32 назв.

**УДК 548.4/620.18**

**ББК 22.31/32я7**

© Коллектив авторов, 2016.

**ISBN 978-617-05-0201-8**

## Вступление

В настоящее время электронный микроскоп занимает достойное место в физических, химических и заводских лабораториях как надежный инструмент, предназначенный для исследования микроструктуры вещества. Созданы электронные микроскопы различных типов: просвечивающие, отражательные, растровые, эмиссионные, теневые и др. Наибольшее распространение получил просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ), обладающий высоким разрешением и наибольшей универсальностью применения. В данном учебном пособии рассматриваются лабораторные работы и задачи, связанные с применением исключительно просвечивающей электронной микроскопии.

Основой электронно-микроскопического анализа является дифракция электронов, длина волны которых соизмерима с межплоскостными расстояниями кристаллов. Так, электроны, используемые в большинстве микроскопов, имеют энергию в интервале 50–100 кэВ. Этим значениям энергии соответствует длина волны де Бройля электронного пучка, равная 0,0548–0,0370 Å соответственно.

В основу сборника лабораторных работ и задач положен курс лекций, на протяжении многих лет читаемый авторами студентам-физикам Национального технического университета «Харьковский политехнический институт». Он написан как дополнение к лекционному курсу «Электронная микроскопия», составленному для студентов физико-технического и механико-технологического факультетов. Пособие должно помочь студентам усвоить теоретический материал и найти подходы к решению как типовых, так и задач повышенной сложности.

Сборник состоит из трех разделов: «Лабораторные работы», «Задачи» и «Интерференционные изображения». Первый раздел содержит 8 лабораторных работ, выполнение которых предполагает прямое или опосредованное использование ПЭМ. Три из них (6, 7 и 8 работы) – компьютеризированы. Во втором разделе приведено 29 задач с подробными решениями. Третий раздел содержит 17 задач, связанных с интерференцией электронных волн, 2 из них приведены с подробными решениями. Для более глубокого изучения материала в каждом разделе приведен список рекомендованной литературы.

Авторы выражают искреннюю благодарность рецензентам пособия – доктору физ.-мат. наук, профессору Малыхину С.А. и доктору физ.-мат. наук, лауреату Государственной премии Украины, Шевченко С.И. за ценные замечания по содержанию пособия, а также инженеру Борик Е.Г. за помощь при оформлении текста.

## РАЗДЕЛ 1. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Цель лабораторных работ по электронной микроскопии – ознакомить студентов с конструкцией и режимами работы электронного микроскопа, простейшими приемами исследований на микроскопе и методами подготовки образцов, помочь приобрести навыки в обработке и расшифровке электронно-микроскопических снимков.

Созданы лабораторные работы в расчете на использование просвечивающих электронных микроскопов типа ПЭМ-100-01 или ЭМВ-100Л, достаточно широко применяемых в отечественных лабораториях. К числу оборудования, необходимого для проведения лабораторных работ, относится также вакуумная установка, например, вакуумный универсальный пост (ВУП) промышленного производства.

В лаборатории электронной микроскопии необходимо строго соблюдать технику безопасности, так как микроскопы работают при высоком напряжении. Студенты, работающие с электроустановками и электроприборами, должны знать и выполнять правила их технической эксплуатации и безопасной работы. При нарушении правил техники безопасности при работе с вакуумными установками и электроприборами может возникнуть опасность поражения электрическим током. Сила тока 0,06 А опасна для жизни человека, а 0,1 А – смертельна. Поэтому запрещается включать прибор без помощи инженера, подключать или отключать кабели в процессе работы микроскопа. Работу можно проводить только на заземленном приборе.

Студенты могут работать на электронном микроскопе только в присутствии руководителя занятия или оператора, обслуживающего микроскоп. Оптимальный состав студенческой подгруппы – 5–6 человек.

## Лабораторная работа 1

### Изучение устройства и режимов работы электронного микроскопа

**Цель работы:** 1. Ознакомиться с конструкцией и технической характеристикой микроскопа ЭМВ-100Л.

2. Изучить дифракционные и микроскопические режимы работы микроскопа.

3. Усвоить элементарные навыки наблюдения и фотографирования микроскопических изображений и электронограмм.

**Краткие теоретические сведения.** Электроны, как и все элементарные частицы, обладают свойствами и частиц, и волн (т.н. «корпускулярно-волновой дуализм»). Длина волны электрона  $\lambda$  определяется формулой де Бройля:

$$\lambda = \frac{h}{p}, \quad (1.1)$$

где  $p$  – импульс электрона,  $h$  – постоянная Планка ( $h = 6,63 \cdot 10^{-34}$  Дж·с). Для электронов, ускоренных электрическим полем,  $\lambda$  может быть вычислена по формуле

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eU \left(1 + \frac{eU}{2m_0 c^2}\right)}}, \quad (1.2)$$

где  $m_0$  – масса покоя электрона ( $m_0 = 9,11 \cdot 10^{-31}$  кг);  $e$  – элементарный заряд ( $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$  Кл),  $U$  – разность потенциалов (ускоряющее напряжение электронной пушки),  $c$  – скорость света в вакууме ( $c = 3 \cdot 10^8$  м·с<sup>-1</sup>). При  $U = 100$  кВ, согласно (2)  $\lambda = 0,0037$  нм.

Фокусировка электронных пучков осуществляется электромагнитными линзами. В магнитном поле с индукцией  $B$  на электрон, движущийся со скоростью  $v$ , действует сила  $F_m$  (сила Лоренца):

$$F_m = -e[v \times B]. \quad (1.3)$$

Она вызывает отклонение электрона в направлении, перпендикулярном плоскости, в которой лежат векторы  $B$  и  $v$ . Созданием определенной



геометрии магнитного поля электроны могут быть собраны в одну точку (фокус). Фокусное расстояние электромагнитной линзы определяется величиной силы тока, протекающего по ее обмотке.

*Микроскоп ЭМВ-100Л пятилинзовый* (рис. 1.1). В верхней части его колонны расположена осветительная система. В нее входят: катод, эмитирующий электроны за счет термоэлектронной эмиссии, и анод. Между катодом и анодом прикладывается высокое напряжение, ускоряющее электроны. Анод, контактирующий с корпусом колонны, для безопасности работы заземлен. В осветительную систему входят также две конденсорные линзы – короткофокусная и длиннофокусная. Конденсорные линзы фокусируют пучок электронов и направляют его на образец при микроскопическом исследовании. При съемке электронограмм они фокусируют пучок в точку на экране.

Наиболее ответственная деталь электронного микроскопа – объективная линза. Качеством ее работы определяется разрешение микроскопа. Объективная линза дает примерно 200-кратное увеличение. Образец располагают вблизи переднего фокуса объективной линзы. В заднюю фокальную плоскость объективной линзы вводят подвижную апертурную диафрагму, которая ограничивает количество пучков, формирующих микроскопическое изображение. Для коррекции аберраций объективной линзы используют стигматор. В плоскость промежуточного изображения объективной линзы вводят диафрагму микродифракции (селекторную диафрагму). Ею ограничивается участок объекта, от которого получается дифракционная картина в режиме микродифракции.

В нижней части колонны размещен проекционный блок, состоящий из двух линз – промежуточной и проекционной. Проекционная линза работает в постоянном режиме – при неизменной величине тока, протекающего по ее обмотке. Ток промежуточной линзы может изменяться – его величиной задается увеличение на экране. Проекционный блок создает увеличение от 25 до 2000, что с учетом увеличения объективной линзы дает увеличение на экране от 5 до 400 тыс. Под экраном расположен магазин с фотопластинками.

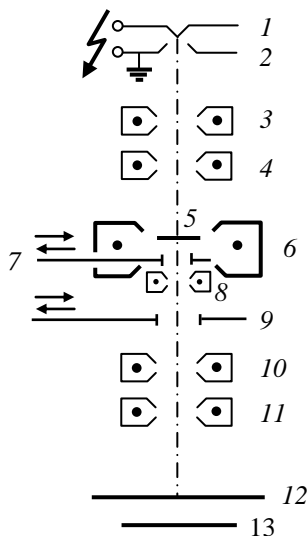


Рис. 1.1. Принципиальная схема колонны пятилинзового электронного микроскопа:

1 – катод; 2 – анод; 3 – короткофокусная конденсорная линза; 4 – длиннофокусная конденсорная линза; 5 – образец; 6 – объективная линза; 7 – апертурная диафрагма; 8 – стигматор объективной линзы; 9 – диафрагма микродифракции (селекторная); 10 – промежуточная линза; 11 – проекционная линза; 12 – экран; 13 – фотопластинка

**Содержание работы.** Выполняют работу на микроскопе ЭМВ-100Л. Этот универсальный просвечивающий электронный микроскоп имеет следующие технические характеристики: ускоряющее напряжение (изменяется ступенчато) составляет 50; 75; 100 кВ; нестабильность ускоряющего напряжения –  $3 \cdot 10^{-6}$  В·мин<sup>-1</sup>; разрешение – 0,3 нм, микроскопическое увеличение – от 400 до 400 тыс.; количество фотопластинок форматом 9 x 12 см<sup>2</sup> – 24 шт.; рабочий вакуум в колонне –  $5 \cdot 10^{-3}$  Па.

Микроскоп позволяет проводить такие работы: а) микроскопическую съемку в прямом пучке (светлое поле); б) микроскопическую

съемку в дифрагировавших пучках (темные поля); в) съемку электронограмм при освещении электронным пучком большой площади образца (обычная дифракция); г) съемку электронограмм от малого избранного участка образца, изображение которого наблюдается на экране (микро-дифракция).

Микроскоп снабжен гониометром, с помощью которого можно наклонять образец относительно электронного пучка. В комплект микроскопа входит также приставка для нагрева образца непосредственно в колонне микроскопа.

Регулируя ток возбуждения промежуточной линзы, можно осуществить два режима работы микроскопа. В первом режиме на экране фокусируется задняя фокальная плоскость объективной линзы, и наблюдается дифракционная картина от образца (электронограмма). Во втором режиме на экран фокусируется плоскость промежуточного изображения, и тогда наблюдается увеличенное изображение образца. Все изменения режимов работы электромагнитных линз и соответственно регулировку увеличения, фокусировку, переход от микроскопического режима к дифракционному осуществляют, изменяя ток возбуждения линз. Рукоятки управления линзами расположены на пульте микроскопа.

В режиме электронографа (рис. 1.2) включается только осветительная система – источник электронов и конденсорные линзы (либо обе, либо только вторая). Остальные линзы выключены. В микроскопическом режиме включаются все линзы микроскопа. Схема хода лучей в области объективной линзы приведена на рис. 1.3.

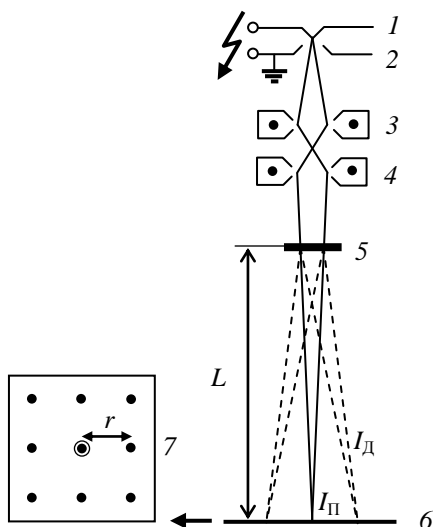


Рис. 1.2. Схема хода лучей микроскопа в режиме обычного электронографа:  
 1 – катод; 2 – анод; 3 – первая конденсорная линза; 4 – вторая конденсорная линза; 5 – образец; 6 – экран; 7 – пример дифракционной картины, наблюдаемой на экране

Если апертурная диафрагма пропускает только прямой пучок, то изображение является светлопольным. Если апертурная диафрагма расположена так, что в нее проходит только дифрагировавший пучок, то изображение является темнопольным. Для освоения этих режимов съемки рекомендуется использовать крупнокристаллический или монокристаллический объект, дифракционная картина от которого состоит из отдельных пятен.

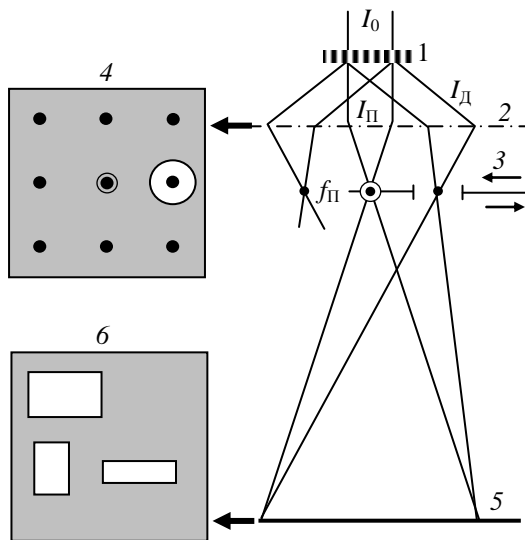


Рис. 1.3. Схема хода лучей в области объективной линзы:

1 – образец; 2 – средняя плоскость объективной линзы;  
 3 – апертурная диафрагма, перемещающаяся в задней фокальной  
 плоскости объективной линзы; 4 – дифракционная картина в задней  
 части фокальной плоскости линзы; 5 – плоскость промежуточного  
 изображения; 6 – микроскопическая картина, формирующаяся в  
 плоскости промежуточного изображения

Микродифракционный режим (рис. 1.4) предназначен для получения электронограмм от избранного микроскопического участка образца, изображение которого рассматривают на экране электронного микроскопа. Желательно использовать двухфазный образец.

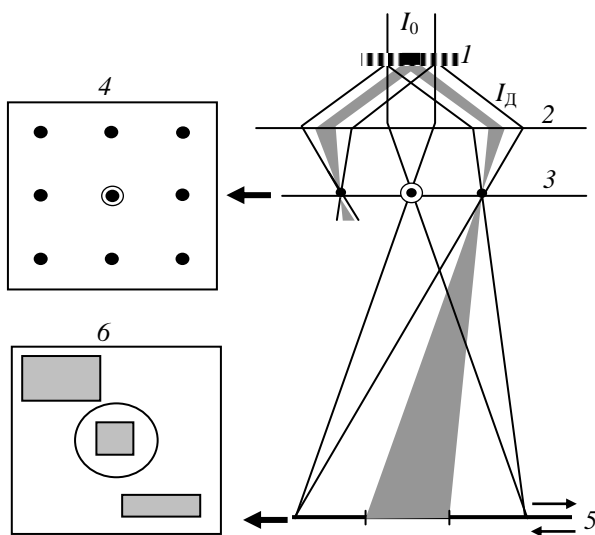


Рис. 1.4. Схема осуществления режима микродифракции:  
 $I$  – образец; 2 – средняя плоскость объективной линзы; 3 – задняя фокальная плоскость; 4 – вид дифракционной картины в задней фокальной плоскости для заштрихованных пучков; 5 – диафрагма микродифракции в плоскости промежуточного изображения (диафрагма пропускает только затененные дифрагировавшие пучки);  
 6 – микроскопическая картина в плоскости промежуточного изображения и расположение диафрагмы микродифракции

### Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с конструкцией электронного микроскопа ЭМВ-100Л, его основными блоками и размещением электронной оптики в колонне микроскопа. Записать в лабораторную тетрадь техническую характеристику микроскопа, зарисовать его принципиальную схему (см. рис. 1.1) и пояснить назначение различных узлов.

2. Освоить работу микроскопа в режиме электронографа (режим обычной дифракции). Для этого ввести в колонну микроскопа образец в виде тонкой пленки золота, алюминия или другого кристаллического вещества. Сфокусировать линии электронограммы, изменяя ток возбужде-

ния второй конденсорной линзы. Сфотографировать электронограмму. В лабораторной тетради зарисовать схему получения электронограммы (см. рис. 1.2) и сделать ее эскиз. Проиндентифицировать линии электронограммы.

3. Освоить работу микроскопа в режиме светлопольной и темнопольной микроскопии. Для этого включить все линзы микроскопа, ввести образец. Изменяя ток промежуточной линзы, сфокусировать на экран заднюю фокальную плоскость объективной линзы с изображением дифракционной картины (включить тумблер «микродифракция»).

Осуществить светлопольный режим. Для этого ввести апертурную диафрагму так, чтобы она пропускала только центральный пучок электронов. Увеличивая постепенно ток промежуточной линзы, проследить за тем, как в расширяющемся пучке появляется микроскопическое изображение. Сфокусировать изображение объективной линзой. Осуществить темнопольный режим, расположив апертурную диафрагму так, чтобы она пропускала один из дифрагировавших пучков. Увеличивая ток промежуточной линзы, проследить за появлением изображения в дифрагировавшем пучке электронов. Сфотографировать светлопольное и темнопольное изображения одного и того же участка образца.

Зарисовать ход лучей в области объективной линзы (см. рис. 1.3). Записать, как осуществляются светлопольный и темнопольный режимы, т.е. в каких положениях может располагаться апертурная диафрагма. Сделать эскизы светлопольного и темнопольного снимков и описать их особенности.

4. Освоить работу микроскопа в режиме микродифракции. Для этого выполнить следующие операции: а) получить на экране микроскопическое изображение; б) ввести в плоскость промежуточного изображения диафрагму микродифракции; в) разместить диафрагму микродифракции так, чтобы она охватывала избранный участок образца; г) вывести апертурную диафрагму; д) промежуточной линзой сфокусировать на экран фокальную плоскость объективной линзы и получить дифракционную картину.

Наблюдаемая на экране электронограмма будет сформирована дифрагировавшими пучками только от части образца, изображение которой попадает в селекторную диафрагму (см. рис. 1.4).

Перемещая селекторную диафрагму или образец, следует посмотреть микродифракционные картины от различных фаз образца. Оценить площадь участка, от которого получается микродифракция.

В лабораторной тетради зарисовать схему микродифракции (см. рис. 1.4), записать порядок операций, необходимых для ее осуществления, дать эскизы микродифракционных картин.

5. Провести анализ электронно-микроскопических снимков в светлом и темном поле (рис. 1.5). Образец – изогнутый кристалл  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (гексагональная кристаллическая решетка), растущий в аморфной пленке. Все снимки получены от одного и того же участка образца. Полосчатые изображения на снимках – изгибные экстинкционные контуры.

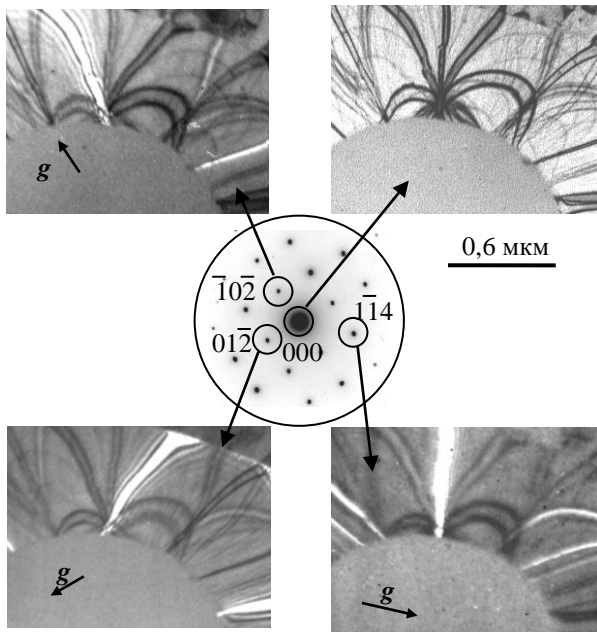


Рис. 1.5. Картина микродифракции (в центре, контраст инвертирован) и электронно-микроскопические снимки в светлом и темном поле кристалла  $\text{Cr}_2\text{O}_3$



а) Определить ориентировку кристалла (индексы оси зоны) по электронограмме.

б) Указать вариант съемки – двухлучевой, многолучевой?

в) Определить, какой из снимков светлопольный.

г) Найти корреляцию между деталями контраста на светлопольном и темнопольных снимках.

д) Указать причины, по которым нет точного совпадения в расположении темных деталей на светлопольном снимке и светлых – на темнопольных снимках.

е) В лабораторной тетради записать ответы на вопросы задания.

6. Определить разрешение на электронно-микроскопических снимках по точкам и по линиям. Для определения разрешения микроскопа по точкам использовать снимок конденсированной островковой пленки сплава платина – иридий (рис. 1.6, а). На снимке точки, соответствующие наилучшему разрешению, отмечены линиями.

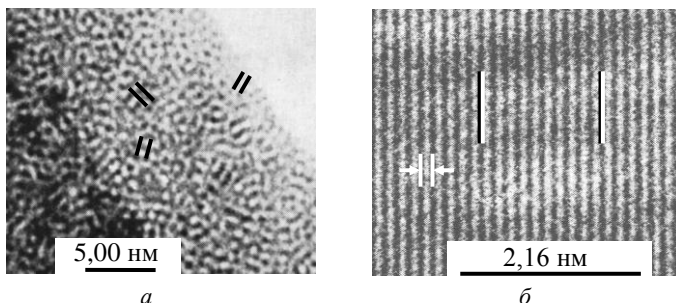


Рис. 1.6. Снимки для определения разрешения по «точкам» (а) и по «линиям» (б)

Для определения разрешения микроскопа по линиям использовать снимок монокристаллической пленки золота (рис. 1.6, б). Для повышения точности следует измерить десять межплоскостных расстояний. Определить индексы Миллера плоскостей, видимых на рисунке. Постоянная решетки золота (решетка ГЦК)  $a_0 = 4,0786 \text{ \AA}$ .

### **Вопросы для самопроверки**

1. Из каких основных электронно-оптических узлов состоит колонна микроскопа?
2. На каком принципе основана фокусировка электронов электромагнитной линзой?
3. Какие линзы включаются в том случае, когда микроскоп работает в режиме электронографа?
4. Что наблюдается на экране электронного микроскопа, если на него проецируется задняя фокальная плоскость объективной линзы? Плоскость промежуточного изображения?
5. Как осуществляется микроскопия в светлом и темном поле? Как в этих случаях располагается апертурная диафрагма?
6. Каковы ход лучей в области объективной линзы и принцип микродифракции? В какую плоскость вводят диафрагму микродифракции?

### **Список литературы**

1. Электронная микроскопия тонких кристаллов / Хирш П., Хо-ви А., Николсон Р. и др. – М. : Мир, 1968.
2. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении / Л.М. Утевский. – М. : Metallurgia, 1973.
3. Структура і фізичні властивості твердого тіла : лабораторний практикум / під ред. Л.С. Палатника. – К. : Вища школа, 1992. – 311 с.

### ***Лабораторная работа 2***

#### **Калибровка электронного микроскопа**

- Цель работы:**
1. Построить график увеличений микроскопа.
  2. Построить график углов поворота микроскопического изображения относительно микродифракционной картины.
  3. Вычислить дифракционные постоянные прибора для расчета

электронограмм, получаемых в режиме электронографа и в режиме микродифракции.

**Краткие теоретические сведения.** Калибровка электронного микроскопа необходима для качественной и достаточно быстрой обработки электронно-микроскопических снимков и электронограмм. Она включает в себя такие операции: определение дифракционной постоянной прибора в режиме общей дифракции; определение дифракционной постоянной прибора в режиме микродифракции; построение графиков увеличений микроскопа и углов поворота изображения относительно микродифракционной картины при разных увеличениях.

Увеличение прибора  $M$  и угол поворота изображения определяются ускоряющим напряжением  $U$  и оптической силой всех электромагнитных линз микроскопа. Оптическая сила линз, в свою очередь, зависит от тока, протекающего в их обмотках. Практически увеличение (а следовательно, и угол поворота изображения) задается изменением тока промежуточной линзы  $I_{\text{пром}}$  при неизменных режимах работы остальных линз и при постоянном ускоряющем напряжении. Поэтому для каждого значения  $U$  графики  $M$  и  $\varphi$  строят как функции  $I_{\text{пром}}$ .

Необходимо помнить, что использование этих графиков обеспечивает точность измерений  $\pm 5\%$ , а в некоторых случаях и хуже, в связи с тем, что при смене исследуемых объектов несколько изменяется их положение по высоте в объективной линзе. В результате токи фокусировки объективной линзы  $I_{\text{об}}$  оказываются отличными от образца к образцу, что сказывается на увеличении. Поэтому при построении графиков нужно также следить за током  $I_{\text{об}}$ .

**Содержание работы.** Построение графиков увеличений и углов поворота, вычисление дифракционной постоянной проводят для микроскопа ЭМВ-100Л. Калибровочные процедуры выполняют для одного из ускоряющих напряжений, при которых может работать микроскоп (50; 75; 100 кВ).

*Калибровка увеличения по снимкам дифракционной решетки.* Для калибровки сравнительно малых увеличений (до 30000) используют ре-

плики дифракционной решетки, имеющей число штрихов  $N = 1200 \text{ мм}^{-1}$ . На микроскопе делают серию снимков реплики при переменной величине тока промежуточной линзы  $I_{\text{пром}}$ . Ток меняют ступенчато, через 5–10 мА. Например, задают величины  $I_{\text{пром}} = 105; 110; 115; 120; 125; 130 \text{ мА}$ . Пример изображения реплики на микроскопе ЭМВ-100Л при  $I_{\text{пром}} = 110 \text{ мА}$  и  $U = 100 \text{ кВ}$  дан на рис. 2.1.

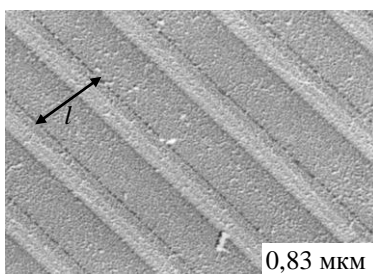


Рис. 2.1. Снимок реплики  
дифракционной решетки:  
 $N = 1200 \text{ мм}^{-1}$ ;  $I_{\text{пром}} = 110 \text{ мА}$

На негативах или фотоотпечатках снимков измеряют расстояние  $l$  между однотипными периодически повторяющимися деталями изображения (например, между темными тонкими линиями – рис. 2.1). Для повышения точности рекомендуется измерять расстояние между 5–10 штрихами и затем делить его на количество измеренных периодов решетки.

Увеличение  $M$  для каждого тока промежуточной линзы определяют по формуле

$$M = l \cdot N, \quad (2.1)$$

где  $l$  – расстояние между штрихами, выраженное в мм. Результаты измерений записывают в табл. 1 и наносят в виде точек на график (рис. 2.2). В табл. 2.1 и на графике, приведенном на рисунке 2.2, дан для примера результат измерений, выполненный при ускоряющем напряжении 100 кВ.

Таблица 2.1 – Численные данные зависимости электронномикроскопического увеличения  $M$  и угла поворота  $\phi$  изображения относительно микродифракционной картины от силы тока промежуточной линзы  $I_{\text{пром}}$  (при ускоряющем напряжении  $U = 100$  кВ)

$I_{\text{пром}}$ (мА)	$M$	$\phi$ , град
100	0	
105	5000	
110	11000	4
120	21000	
123	25000	9
130	30000	
140	42000*	14
150	52000*	17,5
160	62000*	21,5
170	72000*	25
180	79000*	27
190	93000*	
200	101000*	
210	113000*	
220	123000*	
230	133000*	

Примечания:

1. Данные  $M$ , отмеченные звездочкой, получены с использованием изображения микрокристаллов золота.

2. Увеличение  $M = 0$  при  $I_{\text{пром}}^* = 100$  мА означает переход к режиму микродифракции.

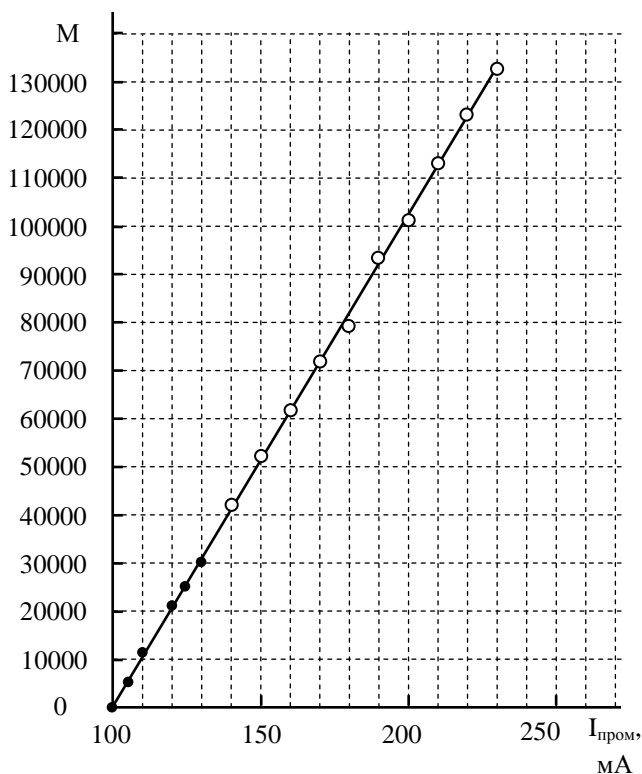


Рис. 2.2. График увеличений для микроскопа ЭМ – 100Л при ускоряющем напряжении 100 кВ. ● – данные, полученные с использованием реплики дифракционной решетки; ○ – данные, полученные с использованием кристаллов золота

*Калибровка увеличения по снимкам, на которых есть изображения отдельных кристаллов.* Для калибровки увеличений, превышающих 30000, дифракционная решетка становится непригодной, так как ее соседние штрихи выходят за пределы кадра. Увеличения в диапазоне 30–130 тыс. калибруют с помощью изображений отдельных кристаллов. В данной работе используется островковая эпитаксиальная пленка Au.

Решетка Au кубическая, поэтому некоторые эпитаксиальные кристаллы на снимке (рис. 2.3) имеют форму квадратов.

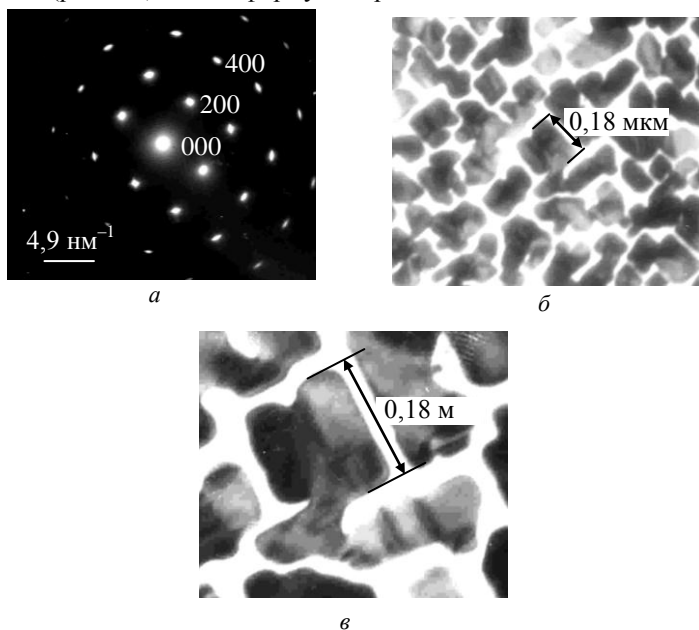


Рис. 2.3. Снимки кристаллов золота, выполненные при разных значениях тока промежуточной линзы:  
 $a - I_{\text{пром}}^* = 100 \text{ мА}$  (картина микродифракции);  $б - I_{\text{пром}} = 130 \text{ мА}$ ;  
 $в - I_{\text{пром}} = 180 \text{ мА}$ .

Как и в случае дифракционной решетки, делают серию снимков при разных токах промежуточной линзы. Один из снимков кристаллов Au нужно выполнить при таком токе  $I_{\text{пром}}$ , для которого по репликам дифракционной решетки уже найдено увеличение, например, при  $I_{\text{пром}} = 130 \text{ мА}$ , которому в нашем случае отвечает увеличение 30000.

Микрофотографии кристаллов даны на рис. 2.3. Взаимное расположение кристаллов такое, как на экране микроскопа.

На снимках выбирают отчетливое изображение кристалла и измеряют длину его грани  $l$  (рис. 2.3, б). Зная увеличение для тока  $I_{\text{пром}} = 130$  мА, можно найти истинную величину длины его грани  $l_{\text{ист}}$ , если разделить измеренное расстояние  $l$  на увеличение. На остальных снимках увеличение  $M$  находят по формуле

$$M = \frac{l}{l_{\text{ист}}}. \quad (2.2)$$

Результаты измерений заносят в табл. 2.1 и отмечают точками на рис. 2.2.

*Калибровка угла поворота микроскопического изображения относительно дифракционной картины.* Поворот электронно-микроскопического изображения на экране электронного микроскопа происходит при изменении тока промежуточной линзы по той причине, что электроны двигаются в электромагнитном поле линзы по спирали. Параметры этой спирали зависят от силы тока в обмотке линзы. Микродифракционная картина получается на экране электронного микроскопа при некотором фиксированном токе промежуточной линзы  $I_{\text{пром}}^*$  (см. рис. 2.2, а). Для микроскопа ЭМВ-100Л при 100 кВ ток  $I_{\text{пром}}^* = 100$  мА. Микроскопическое изображение появляется на экране при больших, чем  $I_{\text{пром}}^*$ , значениях тока промежуточной линзы. Поэтому изображение оказывается повернутым относительно микродифракционной картины. Чем больше  $I_{\text{пром}}$ , тем больше угол поворота.

В данной работе для определения угла  $\varphi$  поворота изображения относительно микродифракционной картины (см. рис. 2.3) используется тонкий кристалл триоксида молибдена  $\alpha\text{-MoO}_3$ . Он получен на углеродной пленке-подложке при перемещении объектной сетки с пленкой через дым над накаливаемой током молибденовой проволокой.



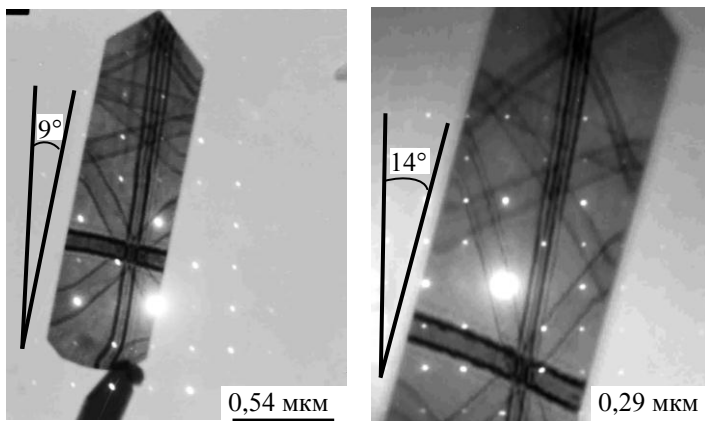


Рис. 2.3. Двойные экспозиции дифракции от выделенной области (значение тока промежуточной линзы  $I_{\text{пром}} = 100$  мА) и светлопольных изображений кристалла  $\text{MoO}_3$ , полученных при  $I_{\text{пром}} = 123$  мА (а) и  $I_{\text{пром}} = 140$  мА (б)

Кристаллы  $\alpha\text{-MoO}_3$  имеет ромбическую сингонию с параметрами кристаллической решетки  $a = 0,3963$  нм;  $b = 1,3855$  нм;  $c = 0,3696$  нм. Длинные прямые края пластинки кристалла параллельны направлению  $[001]$ . Картина микродифракции и изображение кристалла, полученное при  $I_{\text{пром}} = 123$  мА, экспонированы на одну фотопластинку (рис. 2.3, а). Съемкой при других значениях тока в промежуточной линзе получают зависимость угла поворота изображения  $\varphi$  относительно дифракционной картины при разных увеличениях  $M$ . С ростом  $M$  поворот изображения происходит по часовой стрелке. Для снимков на рис. 2.3, а и рис. 2.3, б  $\varphi = 9^\circ$  и  $14^\circ$  соответственно. Результаты измерений заносят в табл. 2.1 и строят график зависимости угла  $\varphi$  от величины тока  $I_{\text{пром}}$  (рис. 2.4).

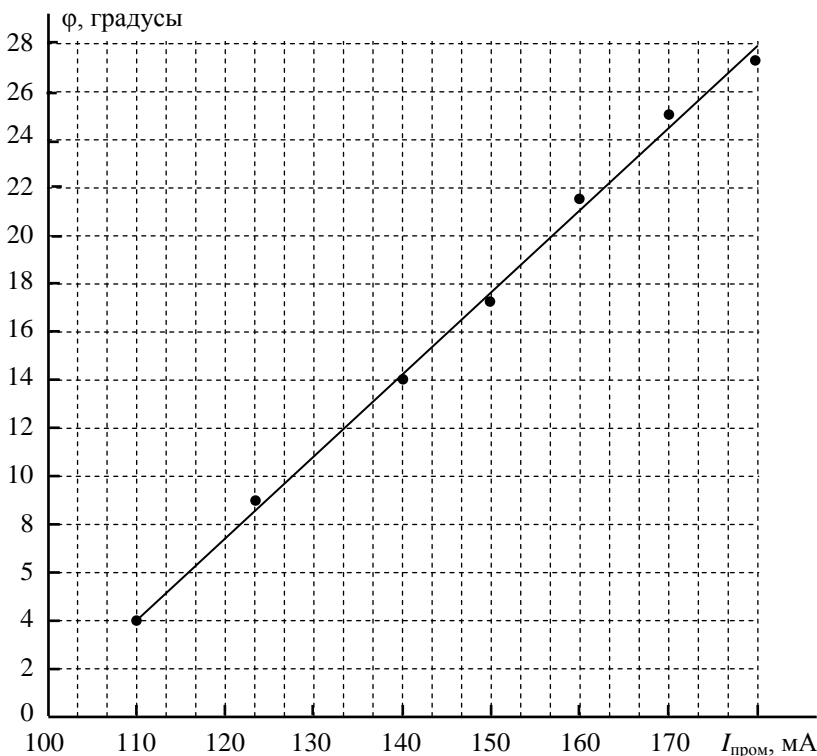


Рис. 2.4. График углов поворота изображения относительно картины микродифракции для микроскопа ЭМ-100Л при ускоряющем напряжении 100 кВ

*Определение дифракционной постоянной микроскопа, работающего в режиме электронографа.* Когда микроскоп работает в режиме обычного электронографа (см. рис. 2.5, а), электронный луч падает на кристалл, дифрагирует и на расстоянии  $r$  от центра электронограммы создает дифракционный максимум. Согласно рис. 2.5, а

$$\operatorname{tg} 2\theta = \frac{D}{2L}, \quad (2.3)$$

где  $L$  – расстояние от образца до экрана (длина дифракционной камеры),  $D$  – расстояние между двумя диаметрально противоположными рефлексами (или диаметр кольца для поликристаллической пленки).

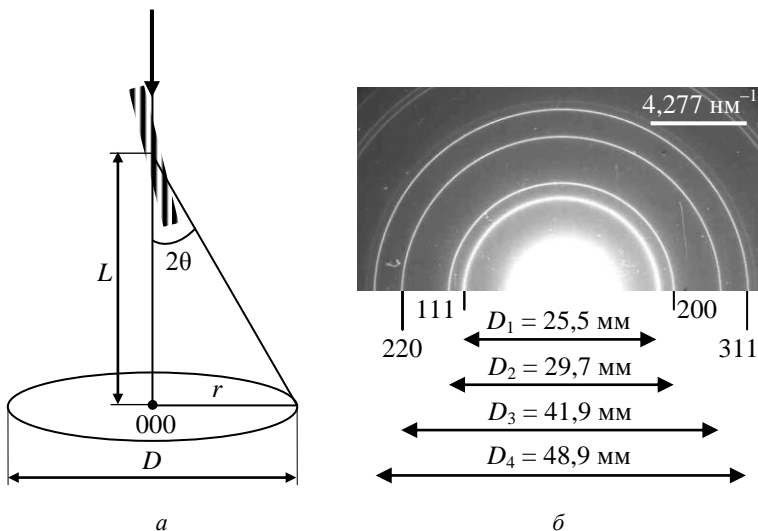


Рис. 2.5. Схема создания электронограммы (а) и электронограмма пленки алюминия (б)

Согласно закону Брэггов

$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda, \quad (2.4)$$

где  $d_{hkl}$  – межплоскостное расстояние для плоскостей с индексами Миллера  $h$ ,  $k$  и  $l$ . Поскольку в случае малых углов ( $\theta = 1 - 2^\circ$ ) выполняется соотношение  $\operatorname{tg}\theta \approx \sin\theta \approx \theta$ , то, согласно (2.3) и (2.4),

$$Dd_{hkl} = 2L\lambda. \quad (2.5)$$

Для конкретного режима работы микроскопа  $2L\lambda$  есть постоянная прибора. Следовательно, если постоянная прибора известна, то для полученной электронограммы на основании формулы (2.5) можно опреде-

лить межплоскостные расстояния исследуемого кристаллического образца.

Определить постоянную прибора  $2L\lambda$  в режиме электронографа можно, воспользовавшись эталонной электронограммой от пленки с известными межплоскостными расстояниями (Al, Au, TiCl и др.). Пример электронограммы от тонкой пленки алюминия приведен на рис. 2.5, б. Межплоскостные расстояния для Al приведены в табл. 2.2. Результаты измерений диаметров колец электронограммы следует занести в таблицу и по формуле (2.5) определить постоянную  $2L\lambda$  для первых четырех колец электронограммы. Среднее значение постоянной электронографа  $\langle 2L\lambda \rangle$  вычислить как среднюю арифметическую величину. Заполненная табл. 2.2 является примером, выполненным для электронограммы, приведенной на рис. 2.5, б.

Таблица 2.2 – Определение постоянной прибора в режиме электронографа

Номер кольца	$hkl$	$d_{hkl}, \text{\AA}$	$D, \text{мм}$	$Dd_{hkl} = 2L\lambda, \text{\AA} \cdot \text{мм}$	$\langle 2L\lambda \rangle, \text{\AA} \cdot \text{мм}$
1	111	2,338	25,5	59,619	59,850
2	200	2,024	29,7	60,113	
3	220	1,431	41,9	59,959	
4	311	1,221	48,9	59,707	

*Определение дифракционной постоянной микроскопа, работающего в режиме микродифракции.* В режиме микродифракции дифрагировавшие на образце электроны попадают в поле действия объективной, промежуточной и проекционной линз (рис. 2.6). Поскольку брэгговские углы  $\theta$  при дифракции электронов малы (на рис. 5 они для наглядности значительно увеличены), можно записать:  $r_1 \approx f_0 2\theta$ , где  $f_0$  – фокусное расстояние объективной линзы;  $r_2 = r_1 M_2$ , где  $M_2$  – увеличение промежуточной линзы;  $r = r_2 M_3$ , где  $M_3$  – увеличение проекционной линзы. Тогда  $r = f_0 M_2 M_3 2\theta$ .

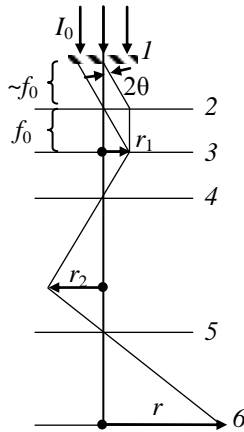


Рис. 2.6. Схема траектории дифрагирующих пучков при микродифракции: 1 – образец; 2 – средняя плоскость объективной линзы; 3 – задняя фокальная плоскость объективной линзы; 4, 5 – средние плоскости промежуточной и проекционной линз соответственно; 6 – экран

Это выражение можно записать в таком же виде, как для обычной дифракции:  $r = L_{\text{эф}} 2\theta$ , где  $L_{\text{эф}} = f_0 M_2 M_3$ . С учетом этого для микродифракции

$$Dd_{hkl} = 2L_{\text{эф}}\lambda. \quad (2.6)$$

Величину  $2L_{\text{эф}}\lambda$  называют дифракционной постоянной прибора в режиме микродифракции. Существенно, что дифракционная постоянная  $2L\lambda$  для данного микроскопа зависит только от ускоряющего напряжения, а дифракционная постоянная микродифракции  $2L_{\text{эф}}\lambda$ , кроме того, зависит от режимов работы трех линз – объективной, промежуточной и проекционной.

Процедура нахождения дифракционной постоянной  $2L_{\text{эф}}\lambda$  для микродифракции такая же, как и для обычной дифракции – снимают микродифракционные картины эталонного вещества. Картину микродифракции следует получить и сфотографировать при выполнении двух независимых условий. 1. Изображение объекта должно быть резким

(сфокусированным) при введенной апертурной диафрагме, которая пропускает центральный пучок электронов (рис. 2.7). Фокусировка изображения осуществляется изменением тока  $I_o$  объективной линзы. 2. Изображение селекторной диафрагмы должно быть резким (при выведенной апертурной диафрагме), как на рис. 2.7, а. Резкость изображения селекторной диафрагмы достигается изменением тока промежуточной линзы. При  $U = 100$  кВ это имеет место, когда  $I_{\text{пром}} = 123$  мА. В этом случае участки объекта, лежащие за пределами действия селекторной диафрагмы, участия в формировании дифракционной картины принимать не будут.

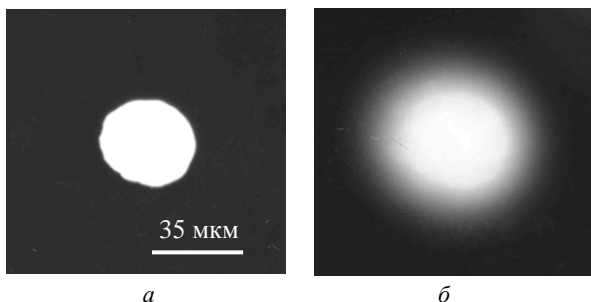


Рис. 2.7. Изображение селекторной диафрагмы электронного микроскопа при силе тока промежуточной линзы  $I_{\text{пром}} = 123$  мА (а) и при 130 мА (б)

Пример картины микродифракции от тонкой пленки алюминия, снятой при  $I_{\text{пром}} = 123$  мА, приведен на рис. 2.8. Результаты измерений диаметров колец микродифракционной картины следует занести в табл. 2.3 и по формуле (2.6) определить  $2L_{\text{эф}}\lambda$  для первых четырех колец. Среднее значение постоянной прибора в режиме микродифракции  $\langle 2L_{\text{эф}}\lambda \rangle$  вычислить как среднюю арифметическую величину. Заполненная табл. 2.3 является примером, выполненным для электронограммы, приведенной на рис. 2.8.

Таблица 2.3 – Определение постоянной прибора в режиме микродифракции

Номер кольца	$hkl$	$d_{hkl}, \text{\AA}$	$D, \text{мм}$	$Dd_{hkl} = 2L_{\text{эф}}\lambda, \text{\AA} \cdot \text{мм}$	$\langle 2L_{\text{эф}}\lambda \rangle, \text{\AA} \cdot \text{мм}$
1	111	2,338	17,2	40,21	40,21
2	200	2,024	19,9	40,28	
3	220	1,431	27,9	39,82	
4	311	1,221	33,1	40,42	

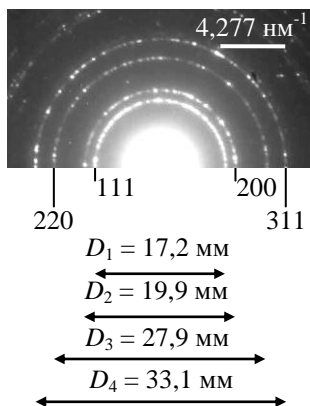


Рис. 2.8. Картина микродифракции пленки алюминия, полученная при ускоряющем напряжении  $U = 100 \text{ кВ}$  и силе тока промежуточной линзы  $I_{\text{пром}} = 123 \text{ мА}$

### Порядок выполнения работы

1. Откалибровать увеличение микроскопа ЭМВ-100Л при ускоряющем напряжении  $100 \text{ кВ}$  по снимкам дифракционной решетки. Записать расчетную формулу, внести результаты измерений в табл. 2.1 и нанести точки на график рис. 2.2.

2. Продолжить построение графика увеличений по снимкам кристаллов Au (рис. 2.3). Записать расчетную формулу, заполнить табл. 2.1, нанести точки на график рис. 2.2.

3. Провести калибровку угла поворота микроскопического изображения относительно микродифракционной картины по серии снимков, аналогичных тем, которые показаны на рис. 2.3. Построить график зависимости угла  $\varphi$  от тока  $I_{\text{пром}}$ .

4. Заснять электронограмму эталонного вещества. Вычислить значение постоянной прибора, работающего в режиме электронографа  $2L\lambda$ , проведя необходимые измерения на электронограмме. Результаты измерений занести в табл. 2.2. Зарисовать рис. 2.5, а, записать формулы, по которым вычисляется  $2L\lambda$ .

5. Заснять картину микродифракции от эталонного вещества, регистрируя при этом значения токов объективной  $I_0$  и промежуточной  $I_{\text{пром}}$  линз. Вычислить значение постоянной прибора, работающего в режиме микродифракции  $2L_{\text{эф}}\lambda$ , проведя необходимые измерения на электронограммах от выделенного (селекторной диафрагмой) участка образца. Результаты измерений занести в табл. 2.3. Зарисовать рис. 6, записать формулы, по которым вычисляется  $2L_{\text{эф}}\lambda$ .

### Вопросы для самопроверки

1. Какие методики применяют, чтобы определить электронно-микроскопическое увеличение?

2. Почему при изменении увеличения микроскопа изображение поворачивается?

3. Как определить угол поворота изображения относительно микродифракционной картины? Зачем нужно знать этот угол?

4. Чем отличается режим микродифракции от режима обычной дифракции?

5. От чего зависит величина дифракционной постоянной  $2L_{\text{эф}}\lambda$  при микродифракции?

6. Можно ли, зная  $2L\lambda$  при 75 кВ для обычной дифракции, вычислить (без съемки новых электронограмм)  $2L\lambda$  для 100 кВ? Можно ли сделать то же самое для  $2L_{\text{эф}}\lambda$  при микродифракции?



7. В каком режиме точность измерения периодов кристаллической решетки выше – в режиме обычной дифракции или микродифракции?

### **Список литературы**

1. Электронная микроскопия тонких кристаллов / Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. – М. : Мир, 1968.
2. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении / Л.М. Утевский. – М. : Металлургия, 1973.
3. Структура і фізичні властивості твердого тіла: Лабораторний практикум / під ред. Л.С. Палатника. – К. : Вища школа, 1992.– 311 с.

### ***Лабораторная работа 3***

#### **Кристаллографический анализ электронно-микроскопических снимков**

**Цель работы.** 1. Определить ориентационное соотношение между монокристаллической пленкой и подложкой при эпитаксиальном росте Ni на KCl.

2. Провести кристаллографический анализ снимка частично рекристаллизованной пленки золота.

3. Дать структурное пояснение снимку кристалла золота с двойниковыми прослойками.

4. Расшифровать снимок пленки золота с дефектами.

**Краткие теоретические сведения.** Методами электронной микроскопии устанавливают, например, кристаллографическую ориентацию образца, ориентационные соотношения внутри объекта, определяют индексы Миллера характерных направлений (дислокаций и их векторов Бюргерса) и плоскостей (дефектов упаковки, межкристаллических границ).

Для решения перечисленных задач получают микроснимки и картины микродифракции одного и того же участка образца. Затем электронограммы расшифровывают, и установленные по ним направления переносят на соответствующие микрофотографии.

**Содержание работы:** Используют готовые комплекты микроскопических изображений и микродифракционных картин. В ходе работы выполняют 4 задания:

1. *Ориентационное соотношение пленка-подложка* определяют по микроэлектронограмме и микроскопическому снимку пленки Ni, эпитаксиально выращенной на подложке (001) KCl. Кристаллическая решетка и пленки, и подложки – г.ц.к. Ориентацию пленки относительно подложки определяют по направлениям дифракционных векторов  $g$  на картине микродифракции и известным направлением в подложке, совпадающим с изображением края пленки (рис. 3.1). Дополнительный поворот, связанный с лоренцевым вращением изображения относительно картины микродифракции, компенсируют.

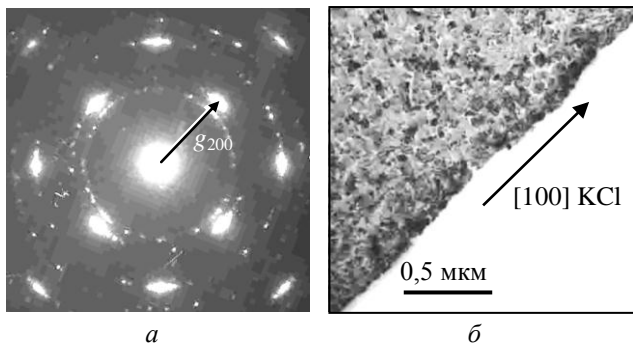


Рис. 3.1. Микродифракционная картина (а) и микроскопический снимок (б) пленки никеля. Угол поворота между картиной микродифракции и изображением скомпенсирован

Известным направлением в подложке служит направление  $\langle 100 \rangle$  KCl. Его совпадение с изображением края пленки выполняется автомати-

чески при раскалывании подложки KCl с нанесенной пленкой Ni по плоскостям спайности KCl. Следует проиндифицировать картину микродифракции (рис. 3.1, *a*), пользуясь сечением обратной решетки (рис. 3.2, *a*). Таким способом будет найдена ориентация плоскости поверхности кристалла Ni относительно направления электронного пучка. Найденное ориентационное соотношение записывают в следующем формате:

$$(h_1k_1l_1) [u_1v_1w_1] \text{ пленка} // (h_2k_2l_2) [u_2v_2w_2] \text{ подложка.} \quad (3.1)$$

Соотношение (3.1) показывает, что плоскость  $(h_1k_1l_1)$  пленки параллельна плоскости  $(h_2k_2l_2)$  подложки, а направление  $[u_1v_1w_1]$  пленки параллельно направлению  $[u_2v_2w_2]$  подложки.

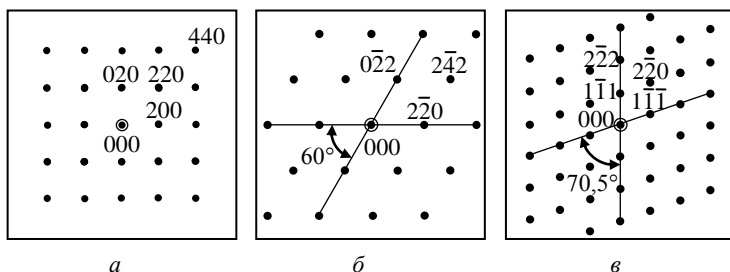


Рис. 3.2. Сечение обратной решетки ГЦК – кристалла плоскостями  
*a* – (001), *б* – (111) и *в* – (110)

2. Кристаллографический анализ снимка частично рекристаллизованной пленки золота.

Дано:

а) Снимок пленки золота (рис. 3.3, *a*), в которой протекает рекристаллизация. Исходные зерна (темные) содержат множество микродвойников, располагающихся вдоль двух направлений, отмеченных стрелками. В рекристаллизованных зернах (светлых) микродвойников нет.

б) Микродифракционные картины от исходного (рис. 3.3, *б*) и рекристаллизованного (рис. 3.3, *в*) зерен. Отражения, отмеченные кружком, имеют одинаковые дифракционные векторы.

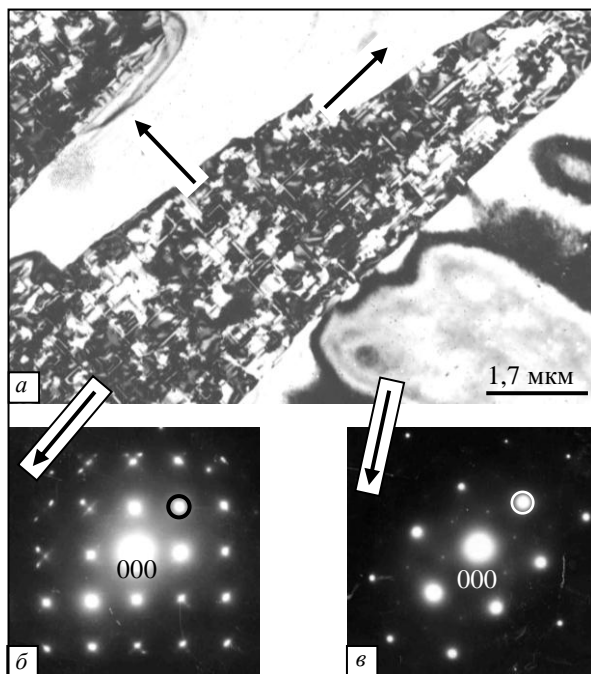


Рис. 3.3. Снимок пленки золота, в которой протекает рекристаллизация (а), и картина микродифракции от исходного зерна (б) и рекристаллизованного зерна (в). Отражения, отмеченные кружком, имеют одинаковые дифракционные векторы

- в) Схема расположения микродвойников, параллельных  $(11\bar{1})$  и  $(111)$  ГЦК – решетки (рис. 3.4, а).
- г) Схема расположения тяжей от микродвойников (рис. 3.4, б).

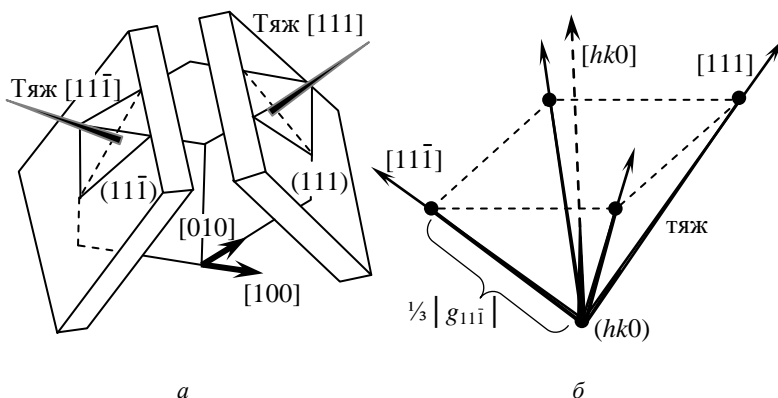


Рис. 3.4. Схема расположения микродвойников, параллельных  $(11\bar{1})$  и  $(111)$  ГЦК – решетки (а) и схема расположения тяжей от микродвойников (б)

### Задание:

1. Перенести на кальку микродифракционные картины и снимок (рис. 3.3), выделив расположение микродвойников. Все последующие построения делать на кальке, снятой с рис. 3.3.
2. Проиндцировать с помощью обратных решеток (рис. 3.2) электронограммы и определить ориентировки зерен.
3. Записать индексы направлений, вдоль которых располагаются микродвойники.
4. Перенести с электронограммы (рис. 3.3, в) на изображение рекристаллизованного зерна (рис. 3.3, а) два простых кристаллографических направления.
5. Определить и записать ориентационные соотношения между исходными и рекристаллизованными зернами.
6. Зарисовать схему расположения рефлексов тяжей от микродвойников (рис. 3.4, б) и отметить на электронограмме  $(001)$  (рис. 3.3, б)

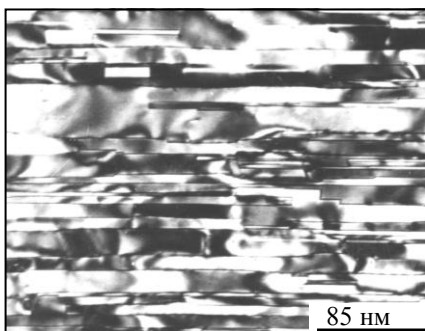
рефлексы, создаваемые твжами от микродвойников. Объяснить, почему рефлексы от микродвойников видны не возле всех основных рефлексов.

7. Оценить и записать средние размеры микродвойников.

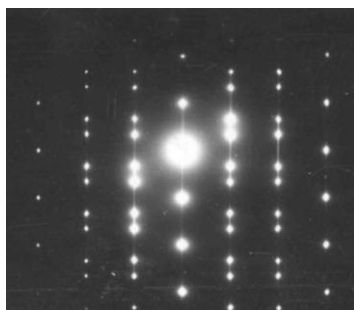
3. *Анализ снимка кристалла золота с двойниковыми прослойками.*

*Дано:*

а) Снимок кристалла золота с полисинтетическими двойниками (рис. 3.5, *а*). Обе двойниковые решетки ориентированы плоскостями (110) параллельно плоскости снимка.



*а*



*б*

Рис. 3.5. Снимок (*а*) и микроэлектроннограмма (*б*) кристалла золота с полисинтетическими двойниками. Поворот изображения скомпенсирован. Все двойниковые границы (ДГ) перпендикулярны к плоскости снимка

б) Микроэлектроннограмма кристалла золота с полисинтетическими двойниками (рис. 3.5, *б*). Поворот изображения относительно картины микродифракции скомпенсирован.

в) Схема двойниковой структуры (рис. 3.6).

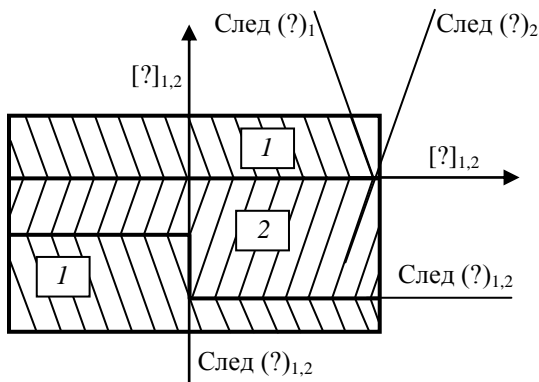


Рис. 3.6. Схема расположения границ двойниковых прослоек и зеркально симметричных плоскостей внутри них

### Задание:

1. Построить электронограмму сдвойнированного кристалла. Для этого переснять на кальку сечение (110) обратной решетки ГЦК – кристалла, отметить на ней два кристаллографических направления; далее, вращая кальку, найти такую позицию, при которой получится электронограмма, отвечающая наложению двух решеток в двойниковой ориентировке; зарисовать вторую систему рефлексов, провести два направления; проиндцировать несколько рефлексов первой и второй решеток; записать угол поворота.

2. Найти индексы указанных на схеме направлений и следов плоскостей; схему переснять на кальку.

3. Описать в лабораторной тетради ход построений.

4. Анализ снимка пленки золота с дефектами.

Дано:

4.1. Снимок кристалла золота с дефектами (рис. 3.7, а).

4.2. Микроэлектроннограмма кристалла золота с дефектами (рис. 3.7, б). Поворот изображения относительно картины микродифракции скомпенсирован.

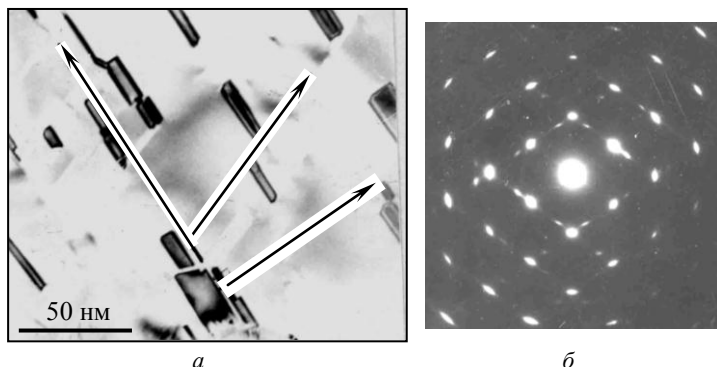


Рис. 3.7. Снимок (а) и микроэлектроннограмма (б) кристалла золота с дефектами. Поворот изображения скомпенсирован

### **Задание:**

1. Перенести на кальку расположение дефектов в пленке и электронограмму.
2. Проиндцировать электронограмму. Определить ориентировку пленки. Выделить на электронограмме расположение дополнительных рефлексов и тяжей.
3. Найти индексы направлений, отмеченных на снимке стрелками.
4. Сделать заключение о виде дефектов. Оценить их размеры.
5. Результаты обработки снимка записать в лабораторный журнал.

### **Вопросы для самопроверки**

1. Как переносят кристаллографические направления с микроэлектроннограммы на микроскопический снимок?
2. Как с помощью микроэлектроннограммы найти индексы плоскости залегания дефекта, если эта плоскость перпендикулярна к снимку и изображается на нем прямой линией?
3. За счет чего появляются «тяжи» (размытия рефлексов) на элек-



тронограммах и как они ориентированы?

4. Как построить теоретическую электронограмму с рефлексами двойной дифракции?

### **Список литературы**

1. Электронная микроскопия тонких кристаллов / Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д., Уэлан М. – М. : Мир, 1968.

2. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении / Л.М. Утевский. – М. : Металлургия, 1973.

3. Структура і фізичні властивості твердого тіла : лабораторний практикум / під ред. Л.С. Палатника. – К. : Вища школа, 1992. – 311 с.

### **Лабораторная работа 4**

#### **Определение вектора Бюргера дислокаций**

**Цель работы.** 1. Освоить методические приемы определения вектора Бюргера петель частичных дислокаций по погасанию контраста.

2. Определить вектор Бюргера полных дислокаций, образующих дислокационную сетку в кристалле германия.

**Краткие теоретические сведения.** Для определения вектора Бюргера дислокаций по снимкам с амплитудным деформационным контрастом (съемки в одном пучке) применяется методика, использующая условие погасания контраста дислокации  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0$ , где  $n$  – порядок изображения;  $\mathbf{g}$  – дифракционный вектор;  $\mathbf{b}$  – вектор Бюргера. Это условие справедливо при осуществлении съемки кристалла в двухлучевом приближении, когда интенсивными являются только два электронных луча – прямой и один дифрагировавший.

Чтобы найти направление вектора Бюргера, надо сделать серию снимков одного и того же участка при разных наклонах кристалла относительно электронного пучка, т.е. при разных отражениях  $\mathbf{g}$ . Достигается это с помощью гониометра. Нужно получить такую серию снимков, чтобы на одних из них дислокация была видна, а на других происходило погасание контраста. Тогда, используя условие  $n = 0$  и учитывая, что

изображение дислокации присутствует при  $n \neq 0$ , можно найти индексы направления вектора Бюргерса. Иногда изображение не исчезает совсем – на снимке наблюдается слабый «остаточный» контраст. Условие погасания контраста  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0$  для краевых дислокаций справедливо только в отдельных случаях. В полном виде оно записывается так:  $(\mathbf{g} \cdot [\mathbf{b}_x \xi]) = 0$ , где  $\xi$  – единичный вектор касательной к линии дислокации.

Из условия  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0$  можно найти только направление вектора Бюргерса (с точностью до  $180^\circ$  поворота). Абсолютную величину вектора Бюргерса вычисляют из кристаллографических соображений или определяют экспериментально по специальным методикам.

**Содержание работы.** Работу выполняют, используя комплекты готовых снимков и электронограмм. Она предполагает выполнение двух заданий.

**Задание 1.** Нахождение вектора Бюргерса петель частичных дислокаций по погасанию контраста.

*Дано:* снимки петель частичных дислокаций Шокли (рис. 4.1), лежащих в плоскости (111) кристалла карбида кремния ( $\beta$  – SiC, решетка ГЦК).

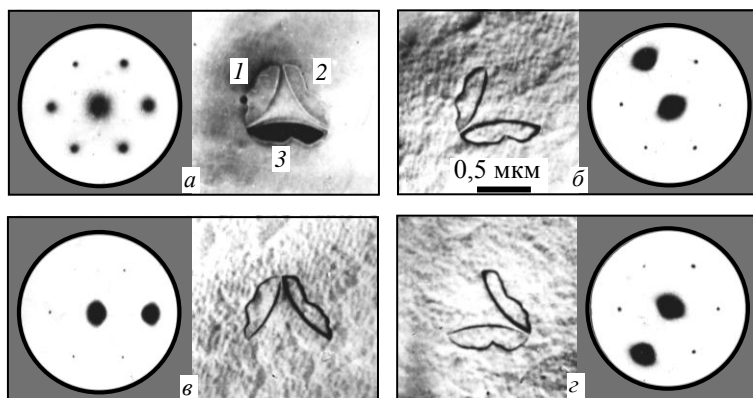


Рис. 4.1. Снимки петель частичных дислокаций в карбиде кремния и электронограмм, характеризующих дифракционные условия съемки

На снимке (рис. 4.1, *а*) видны три петли, внутри одной из которых наблюдается интенсивный контраст от дефекта упаковки. Снимки (рис. 4.1, *б*, *в*, *г*) выполнены в двухлучевом приближении при таких условиях, когда для одной из петель порядок изображения  $n = 0$ . Ориентация дифракционных векторов  $\mathbf{g}$  показана на схеме (рис. 4.2).

### Порядок выполнения задания

1. Переснять на кальку рис. 4.1, *а*, *б*.
2. Начертить схему расположения дифракционных векторов. Определить индексы сильных отражений  $\mathbf{g}$  для рис. 4.1, *б*, *в*, *г*.

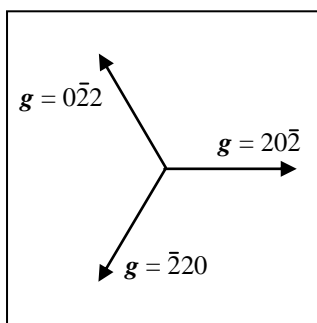


Рис. 4.2. Схема ориентации дифракционных векторов  $\mathbf{g}$

3. Найти значения векторов Бюргерса для дислокационных петель 1, 2, 3. Учесть, что вектор Бюргерса дислокации Шокли лежит в плоскости петли, т.е. в плоскости дефекта упаковки.

4. На схеме дифракционных векторов нарисовать расположение векторов Бюргерса  $\mathbf{b}$  и записать их значения.

5. Провести анализ изображений дефектов на рис. 4.1, *б*. Составить таблицу данных для анализа контраста. Учесть, что для дефекта упаковки вектор сдвига  $\mathbf{R}_{\text{д.у}} = \mathbf{b}$ . Записать заключение, какие дефекты должны быть видны на снимке, а какие нет.

$\mathbf{g}$	Номер петли	$\mathbf{b}$	$n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b})$	$2\pi(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}_{\text{д.у}})$
	1			
	2			
	3			

6. Найти и записать, при каком дифракционном векторе  $\mathbf{g}$ , относящемся к сечению обратной решетки ( $1\bar{1}1$ ), будет виден контраст от дефекта упаковки на рис. 4.1, а.

**Задание 2.** Определение вектора Бюргерса полных дислокаций, образующих дислокационную сетку в кристалле германия.

*Дано:*

1. Серия снимков дислокационной сетки (границы вращения) в кристалле германия (рис. 4.3). Снимки выполнены при различных действующих отражениях, что достигается наклоном образца. Принять, что погасание контраста для дислокаций системы I происходит только на снимках  $\bar{b}$  и  $\bar{v}$ , а для системы II – на снимке  $\bar{c}$ .

2. Микроэлектроннограмма (рис. 4.3, д) для снимков  $a$ ,  $\bar{b}$ . Поворот изображения относительно картины микродифракции скомпенсирован.

### Порядок выполнения задания

1. Переснять на кальку электроннограмму и проиндифицировать отмеченные точками рефлексы (полосы на электроннограмме – кичуци-линии); использовать обратную решетку для ГЦК – кристалла.

2. Найти индексы дифракционных векторов для снимков  $a$ ,  $\bar{b}$ .

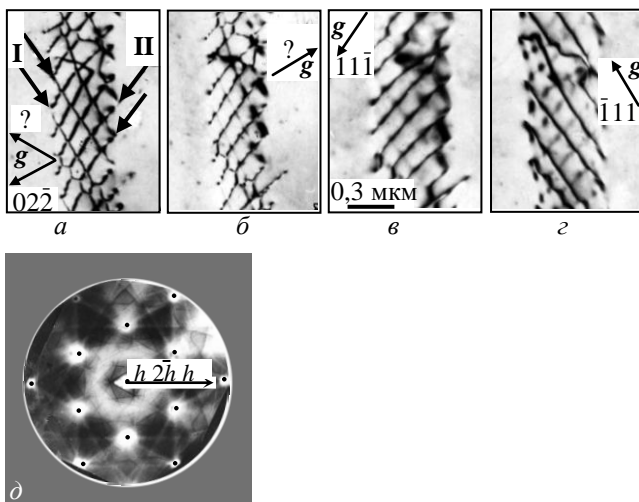


Рис. 4.3. Серия снимков дислокационной стенки в кристалле германия (а–з) и микроэлектронограмма (д) для снимков (а, б).

Поворот изображения компенсирован

3. Принять, что вектор Бюргерса дислокаций относится к системе  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$  и подсчитать для анализируемых снимков значения порядка изображения дислокации  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b})$ ; заполнить таблицу.

$\mathbf{b}$	$\mathbf{g}$			
	$\bar{2}20$	$0\bar{2}2$	$11\bar{1}$	$\bar{1}11$
$\frac{1}{2}[101]$				
$\frac{1}{2}[011]$				
$\frac{1}{2}[\bar{1}10]$				
$\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$				

4. Найти векторы Бюргерса дислокаций для систем I и II по условию погасания контраста.

5. Занести в лабораторную тетрадь: эскиз одного снимка, электронограмму, таблицу; записать, как был найден вектор Бюргерса.

### **Вопросы для самопроверки**

1. Каково условие погасания контраста для полных и частичных дислокаций?
2. В каких случаях не происходит погасание контраста на дислокациях при  $n = 0$ ?
3. Какие снимки нужно сделать, чтобы определить пространственное расположение вектора Бюргерса дислокации?
4. Что общего в условиях формирования изображений дислокаций при съемке в одном и том же пучке (амплитудный деформационный контраст) и при съемке в нескольких пучках (фазовый, интерференционный контраст)?

### **Список литературы**

1. Амелинск С. Методы прямого наблюдения дислокаций / С. Амелинск. – М. : Мир, 1968.
2. Новиков И.И. Дефекты кристаллического строения металлов / И.И. Новиков. – М. : Металлургия, 1975.
3. Багмут А.Г. Несовершенства кристаллических решеток. Сборник задач с подробными решениями / А.Г. Багмут, В.М. Косевич. – Х. : изд-во «Підручник НТУ «ХПІ»», 2014.

### **Лабораторная работа 5**

#### **Анализ снимков с интерференционным контрастом (картины Муара)**

- Цель работы.**
1. Анализ картин параллельного муара.
  2. Анализ картин муара вращения.
  3. Подсчет плотности дислокаций по муаровым картинам.

**Краткие теоретические сведения.** Интерференционный контраст возникает в том случае, когда апертурная диафрагма пропускает два и более пучка. Интерференция пучков в плоскости изображения приводит к появлению периодической полосчатости, обусловленной разностью фаз перекрывающихся волн. Поэтому данный контраст называют также *фазовым*. Фазовый контраст может возникнуть при интерференции любых пучков: прямого и дифрагировавшего; двух пучков первичной дифракции; пучков первичной и вторичной дифракции, а также пучков, являющихся результатом дифракции на периодических дефектных структурах. Интерференционный контраст позволяет получать изображения плоскостей кристаллической решетки, муаровые картины при просвечивании двухслойных кристаллов, изображения периодических антифазных границ в упорядоченных сплавах и периодических границ сдвига в окислах и т.п.

Закономерности формирования полосчатой интерференционной картины во всех случаях однотипны и сводятся к следующему: если соединить на электронограмме два интерферирующих рефлекса вектором  $\Delta g$ , то полосы на изображении будут располагаться перпендикулярно этому вектору, а период полос  $D$  будет равен  $|\Delta g|^{-1}$ . Профиль интенсивности интерференционных полос описывается синусоидальной зависимостью. Естественно, что если интерферирует много пучков, то будет возникать много систем полос. Возможно присутствие на снимке полосчатости нескольких видов одновременно, например, изображений плоскостей кристаллической решетки и муаровых полос или антифазных границ.

**Содержание работы.** Используя образцы в виде двухслойных монокристалльных пленок PbTe, сложенных с азимутальным разворотом, и образцы PbTe/PbS, изготовленные в виде двухслойной эпитаксиальной системы с параллельной ориентацией слоев, наблюдают и фотографируют в электронном микроскопе картину муара.

Анализ изображений проводят на готовых фотоотпечатках и выполняют при этом следующие задания.

### Задание 1. Анализ картин параллельного муара.

Дано: электронограмма (рис. 5.1, *а*) и снимок двухслойного образца PbTe/PbS (рис. 5.1, *б*) в параллельной ориентировке (001), сформировавшейся при эпитаксиальном росте PbS на PbTe. Оба кристалла имеют решетку ГЦК (типа NaCl) с периодами  $a_{\text{PbTe}} = 0,645$  нм,  $a_{\text{PbS}} = 0,593$  нм. Схемы сечений (001) обратной решетки для PbTe и PbS представлены на рис. 5.2, *а* и рис. 5.2, *б* соответственно.

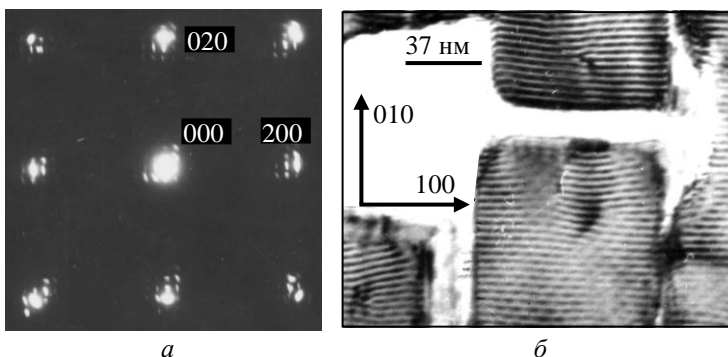


Рис. 5.1. Электронограмма (*а*) и снимок (*б*) двухслойного образца PbTe/PbS в параллельной ориентировке (001), сформировавшейся при эпитаксиальном росте PbS на PbTe

### Порядок выполнения задания

1. Построить теоретическую электронограмму двухслойного образца PbTe / PbS в параллельной ориентировке. Использовать сечения обратной решетки (001) для PbTe и PbS (рис. 5.2). Последовательность построения следующая. Переснять на кальку сечение обратной решетки PbTe; перенести на кальку сечение обратной решетки PbS, совместив их центры и соблюдая параллельность кристаллографических направлений; отметить новыми обозначениями или другим цветом рефлексы PbS. Построить рефлексы двойной дифракции, для чего любой рефлекс (200) PbTe на кальке поместить в центр обратной решетки PbS и в таком положении нанести дополнительные позиции рефлексов PbS. Проинди-



цировать основные группы рефлексов. Выделить различными значками рефлексы первичной дифракции двух решеток и рефлексы двойной дифракции. Проиндексировать группы рефлексов (200), (020), (220). Сопоставить теоретическую электронограмму с экспериментальной (см. рис. 5.2, а).

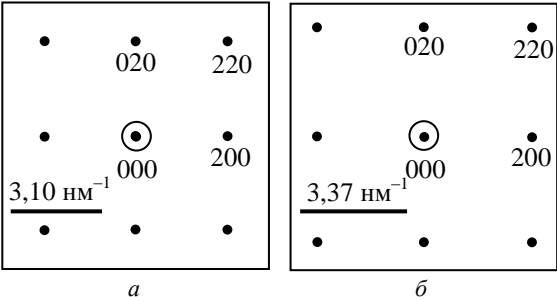


Рис. 5.2. Схемы сечений (001) обратной решетки для PbTe (а) и для PbS (б)

2. Подсчитать значение периода  $D$  для интерферирующих отражений  $g$ , указанных в таблице. Использовать формулу для расчета периода параллельного муара:

$$D = \frac{d_1 d_2}{|d_1 - d_2|}, \quad (5.1)$$

где  $d_1$  и  $d_2$  – межплоскостные расстояния для PbTe и PbS соответственно. Заполнить табл. 5.1.

Таблица 5.1 – Значения  $D$  для параллельного муара

$g$		200	220	400
$d$ , нм	PbTe			
	PbS			
$D$ , нм				

3. Провести идентификацию муара на рис. 5.1, а. Сделать эскиз участка снимка. Определить кристаллографическую ориентировку вектора  $\Delta g$ . Определить индексы отражений, создающих муар. На теорети-

ческой электронограмме начертить соответствующие векторы  $\Delta g$  для светлопольного и темнопольного муара.

**Задание 2.** Анализ картин муара вращения.

*Дано:* Электронограмма (рис. 5.3, *а*) и снимок (рис. 5.3, *б*) двухслойного образца, полученного механическим наложением пленок PbTe с азимутальным разворотом в плоскости (001).

### Порядок выполнения задания

1. Построить теоретическую электронограмму образца PbTe/PbTe при наличии азимутального разворота на угол  $\sim 10^\circ$  относительно [001]. Принцип построения такой же, как в предыдущем случае. На кальке сначала совмещают два сечения обратной решетки PbTe при наличии азимутального разворота, а затем рефлексy первичной дифракции на одной из решеток путем плоскопараллельного перенесения совмещают с центром второй обратной решетки.

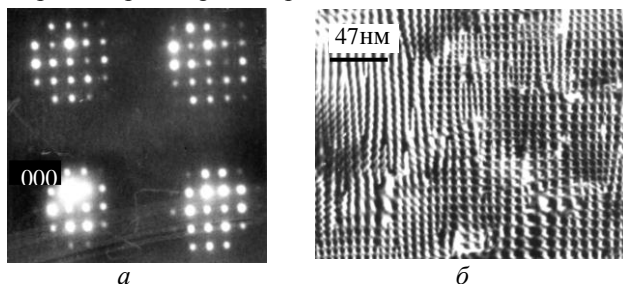


Рис. 5.3. Электронограмма (*а*) и снимок (*б*) двухслойного образца, полученного механическим наложением пленок PbTe с азимутальным разворотом в плоскости (001)

Эта процедура соответствует основному принципу двойной дифракции: электронный пучок, дифрагировавший на одной из решеток, стал первичным пучком (центром электронограммы) для другой решетки. Выделить рефлексy двойной дифракции, провести индцирование отражений, сопоставить теоретическую электронограмму с экспериментальной (рис. 5.3, *а*).

2. Провести анализ картин муара вращения по рис. 5.3, б. Принять, что вертикальная и горизонтальная системы муаровых полос созданы отражениями типа (200). Указать  $\Delta g$  на теоретической электронограмме. Объяснить, почему период муара в различных местах снимка различен.

3. Принять, что пленка  $\text{PbTe}_1$  (подложка) идеальная, а  $\text{PbTe}_2$  содержит разориентированные блоки, пример двух из которых дан на рис. 5.4. По различию периодов муара в пленках  $\text{PbTe}$  оценить разориентировку блоков  $\Delta\varphi = |\varphi_i - \varphi_j|$ , где  $\varphi_i$  и  $\varphi_j$  есть углы между одноименными кристаллографическими направлениями подложки и кристаллическими блоками под номерами  $i$  и  $j$ .

Провести на рис. 5.3, б измерения периода муара вращения  $D$  в трех местах, где различие  $D$  весьма значительно. Использовать формулу для расчета периода параллельного муара:

$$D = \frac{d}{\varphi}, \quad (5.2)$$

где  $d$  есть межплоскостное расстояние для  $\text{PbTe}$ . Составить таблицу оценок  $\Delta\varphi$  и определить среднее значение угловой разориентировки блоков  $\langle\Delta\varphi\rangle$ .

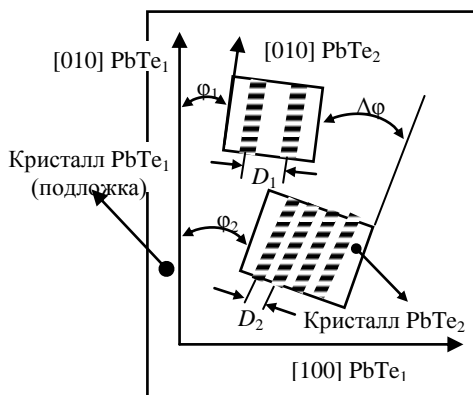


Рис. 5.4. Монокристаллическая пленка-подложка  $\text{PbTe}_1$ , содержащая на поверхности разориентированные блоки пленки  $\text{PbTe}_2$

Таблица 5.2 – Результаты оценки разориентировки блоков PbTe

Номер измерения	$D$ , нм	$\Delta\varphi$ , град	$\langle\Delta\varphi\rangle$ , град
1			
2			
3			

**Задание 3.** Подсчет плотности дислокаций по муаровым картинам.

*Дано:* снимок двухслойного кристалла PbTe/PbTe с азимутальной разориентировкой. Решетка – ГЦК, плоскость снимка – (001). Наиболее интенсивный муар принадлежит системе (200).

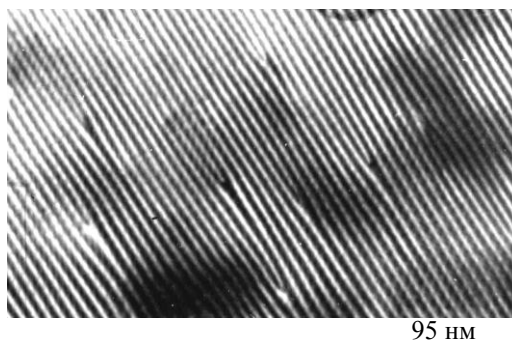


Рис. 5.5. Снимок двухслойного кристалла PbTe/PbTe с азимутальной разориентировкой

### Порядок выполнения задания

1. Принимая, что в кристалле PbTe могут присутствовать дислокации с векторами Бюргерса  $\mathbf{b}_1 = \frac{1}{2}[110]$  и  $\mathbf{b}_2 = \frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ , для дифракционных векторов  $\mathbf{g} = 200, 220$  и  $400$  подсчитать значения порядков изображений дислокаций  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b})$ . Результаты оформить в виде таблицы.

Таблица 5.3 – Значения  $n = (g \cdot b)$

$b$	$g$		
	200	220	400
$\frac{1}{2}[110]$			
$\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$			

Как должны отличаться на снимке изображения дислокаций с разными знаками  $b$ ? Все ли дислокации с указанными выше  $b$  выявляются на снимке?

2. Найти на снимке изображения дислокаций. Сделать эскиз снимка, на котором отразить типичные изображения.

3. Подсчитать количество дислокаций на площади снимка и найти плотность дислокаций в  $\text{см}^{-2}$ .

### Вопросы для самопроверки

1. Какая связь между расположением пучков, пропускаемых апертурной диафрагмой, и геометрией интерференционного полосчатого изображения?

2. Каковы условия получения картины муара вращения, параллельного и смешанного? Какими формулами определяется период полос этих муаров?

3. По каким признакам можно отличить изображения муаровых полос от периодически располагаемых толщинных экстинкционных контуров?

4. Каковы закономерности появления дополнительных рефлексов на электронограммах при наличии в кристалле периодических неоднородностей разного вида (плоских границ, рядов дислокаций и т.п.).

### Список литературы

1. Структура і фізичні властивості твердого тіла : лабораторний практикум / під ред. Л.С. Палатника. – К. : Вища школа, 1992. – 311 с.

2. Фульц Б. Просвечивающая электронная микроскопия и дифракция материалов / Б. Фульц, Дж. М. Хау. – М. : Техносфера, 2011.

3. Куницький Ю.А. Електронна мікроскопія / Ю.А. Куницький, Я.І. Купина – К. : Либідь, 1998.

## Лабораторная работа 6

### Определение индексов оси зоны кристаллических плоскостей

**Цель работы:** Определить направление оси кристаллографической зоны по электронограмме объекта с известной кристаллической структурой.

**Краткие теоретические сведения.** Просвечивающая электронная микроскопия и электронография в совокупности образуют единый исследовательский комплекс, основанный на дифракции электронов. Электроно-микроскопические изображения кристаллических объектов необходимо дополнять индифференцированными картинками электронной дифракции. Они позволяют судить о фазовом составе и об ориентировке объекта в целом (по электронограмме), а также о фазовом составе и об ориентировке его выделенных локальных участков (по картинкам микродифракции). Определение направления оси кристаллографической зоны эквивалентно определению ориентировки изучаемого кристалла.

Кристаллографической зоной называется совокупность плоскостей, пересекающихся по одной линии (или параллельным линиям). Эта линия называется осью зоны (рис. 6.1). В кристаллической решетке направление оси зоны задается тремя индексами ( $UVW$ ). Плоскость принадлежит зоне, если направление оси зоны лежит в этой плоскости. Нормали к плоскостям зоны с осью ( $UVW$ ) задают пучок направлений, каждое из которых перпендикулярно ( $UVW$ ).

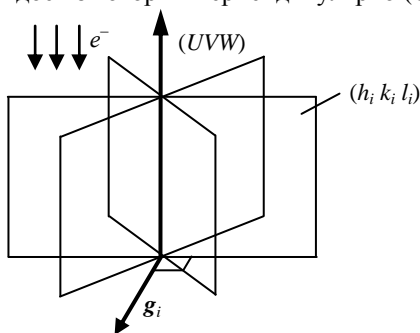


Рис. 6.1. К определению кристаллографической зоны

Ось зоны зададим вектором кристаллической решетки  $\mathbf{r}_{UVW}$ :

$$\mathbf{r}_{UVW} = U\mathbf{a} + V\mathbf{b} + W\mathbf{c}. \quad (6.1)$$

В выражении (6.1) векторы  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$ ,  $\mathbf{c}$  являются осевыми векторами кристаллической решетки.  $U$ ,  $V$ ,  $W$  есть координаты вектора решетки, выраженные в долях соответствующего периода по каждой оси.

Нормаль к  $i$ -й плоскости с индексами Миллера ( $h_i$   $k_i$   $l_i$ ), которая принадлежит зоне с осью  $[UVW]$ , представим вектором обратной решетки  $\mathbf{g}_i$ :

$$\mathbf{g}_i = h_i\mathbf{a}^* + k_i\mathbf{b}^* + l_i\mathbf{c}^*. \quad (6.2)$$

В выражении (6.2) векторы обратной решетки  $\mathbf{a}^*$ ,  $\mathbf{b}^*$ ,  $\mathbf{c}^*$  являются осевыми векторами обратной решетки:

$$\mathbf{a}^* = \frac{[\mathbf{b}, \mathbf{c}]}{\Omega}, \quad \mathbf{b}^* = \frac{[\mathbf{c}, \mathbf{a}]}{\Omega}, \quad \mathbf{c}^* = \frac{[\mathbf{a}, \mathbf{b}]}{\Omega}, \quad (6.3)$$

где  $\Omega = (\mathbf{a}[\mathbf{b}, \mathbf{c}])$  – объем элементарной ячейки. Квадратные скобки обозначают векторное, а круглые – скалярное произведение векторов.

Между осевыми векторами атомной и обратной решеток выполняются соотношения:

$$(\mathbf{a}, \mathbf{a}^*) = (\mathbf{b}, \mathbf{b}^*) = (\mathbf{c}, \mathbf{c}^*) = 1; \quad (6.4, \text{ а})$$

$$(\mathbf{a}, \mathbf{b}^*) = (\mathbf{b}, \mathbf{c}^*) = (\mathbf{a}, \mathbf{c}^*) = 0. \quad (6.4, \text{ б})$$

Поскольку нормаль к плоскости перпендикулярна любому лежащему в ней направлению, а  $\mathbf{r}_{UVW}$  лежит во всех плоскостях зоны, то скалярное произведение  $(\mathbf{r}_{UVW}, \mathbf{g}_i) = 0$ . Это соотношение в развернутом виде с учетом (6.4, а) и (6.4, б) записывается как:

$$h_i U + k_i V + l_i W = 0. \quad (6.5)$$

Соотношение (6.5) носит название «закон зоны». Оно выполняется для любой плоскости зоны ( $UVW$ ).

Линия пересечения двух плоскостей с индексами Миллера ( $h_1$   $k_1$   $l_1$ ) и ( $h_2$   $k_2$   $l_2$ ) является осью зоны этих плоскостей и задается направлением  $[UVW]$  в кристаллической решетке. Векторы обратной решетки  $\mathbf{g}_1 = h_1\mathbf{a}^* + k_1\mathbf{b}^* + l_1\mathbf{c}^*$  и  $\mathbf{g}_2 = h_2\mathbf{a}^* + k_2\mathbf{b}^* + l_2\mathbf{c}^*$  ориентированы перпендикулярно плоскостям ( $h_1$   $k_1$   $l_1$ ) и ( $h_2$   $k_2$   $l_2$ ) соответственно. Поэтому индексы ( $UVW$ )

оси зоны в кристаллической решетке можно найти, записав векторное произведение  $[\mathbf{g}_1, \mathbf{g}_2]$ :

$$[\mathbf{g}_1, \mathbf{g}_2] = \Omega^{-1}[\mathbf{a}(k_1l_2 - k_2l_1) + \mathbf{b}(l_1h_2 - l_2h_1) + \mathbf{c}(h_1k_2 - h_2k_1)]. \quad (6.6)$$

В выражении (6.6) индексами направлений ( $UVW$ ) являются коэффициенты при осевых векторах  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  и  $\mathbf{c}$ :

$$U = k_1l_2 - k_2l_1, \quad (6.7, \text{ а})$$

$$V = l_1h_2 - l_2h_1, \quad (6.7, \text{ б})$$

$$W = h_1k_2 - h_2k_1. \quad (6.7, \text{ в})$$

Формулу (6.6) удобно записать в виде определителя:

$$\Omega^{-1} \begin{vmatrix} \mathbf{a} & \mathbf{b} & \mathbf{c} \\ h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \end{vmatrix}. \quad (6.8)$$

Есть простой прием вычисления индексов направления оси зоны, являющейся линией пересечения двух плоскостей с индексами  $(h_1k_1l_1)$  и  $(h_2k_2l_2)$ . В соответствии со схемой (6.9) индексы плоскостей запишем дважды в двух строках:

$$\begin{array}{c} h_1 \\ h_2 \end{array} \left| \begin{array}{ccccc} k_1 & \times & l_1 & \times & h_1 & \times & k_1 & l_1 \\ k_2 & \times & l_2 & \times & h_2 & \times & k_2 & l_2 \end{array} \right| \begin{array}{c} l_1 \\ l_2 \end{array} \quad (6.9)$$

Далее отбросим крайние индексы слева и справа. Искомые индексы оси зоны получим как разности перекрестных произведений, указанных стрелками. В развернутом виде они выписаны в выражениях (6.7, а), (6.7, б) и (6.7, в).

Дифракционные векторы  $\mathbf{g}_1$  и  $\mathbf{g}_2$  на электронограмме следует выбирать так, чтобы получить ось зоны направленной от центрального рефлекса к исследователю (т.е. антипараллельно направлению движения электронного луча  $e^-$  (рис. 6.1)). В этом случае второй из переменяемых векторов должен быть повернут относительно первого на угол менее  $180^\circ$  против часовой стрелки.

Выбору дифракционных векторов  $\mathbf{g}_1$  и  $\mathbf{g}_2$  предшествует процедура индцирования электронограммы (или картины микродифракции).



Электроннограмма является плоским сечением обратной решетки. При этом каждый дифракционный максимум (рефлекс) на ней соответствует узлу обратной решетки, положение которого задается дифракционным вектором  $\mathbf{g}$ . Введем следующие обозначения;  $R$  – расстояние от центра электроннограммы до заданного рефлекса;  $L$  – расстояние между образцом и фотопластинкой (или экраном), называемое длиной дифракционной камеры. При анализе картин микродифракции под  $L$  подразумевают так называемую эффективную длину дифракционной камеры, учитывающую движение электронов в поле электромагнитных линз;  $\lambda$  – длина волны де Бройля электронов при установленном ускоряющем напряжении  $U$ .  $d$  – межплоскостное расстояние серии плоскостей кристаллической решетки, ответственных за появление рассматриваемого рефлекса. Между  $d$  и  $\mathbf{g}$  существует соотношение:

$$d = \frac{1}{|\mathbf{g}|}. \quad (6.10)$$

Из простых геометрических соображений следует, что

$$Rd = \lambda L. \quad (6.11)$$

Величина  $\lambda L$  называется «постоянная прибора» и может быть определена при анализе электроннограммы от эталонного объекта с известным значением  $d$ . Как правило, значение  $\lambda$  приводится в Å, а значение  $L$  – в мм. Поэтому значение  $\lambda L$  приводится в Å·мм.

В большинстве случаев исследователь имеет представление об изучаемом объекте. Поэтому будем считать, что состав, и следовательно, структура образца известны. В этом случае можно воспользоваться кристаллографическими таблицами *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (сокращенно *JCPDS*) и получить сведения о межплоскостных расстояниях и типе кристаллической решетки изучаемого объекта. Для каждого типа кристаллической решетки известны формулы, связывающие расстояния  $d$  и углы  $\phi$  между плоскостями с параметрами решетки  $a$ ,  $b$  и  $c$ , углами между главными осями элементарной

ячейки  $\alpha$ ,  $\beta$  и  $\gamma$  и индексами Миллера  $h$ ,  $k$  и  $l$ . Некоторые из этих формул приведены в прил. 1, п. 1.1.

Дальнейшее изложение проведем на примере индирования электронограммы (точнее картины микродифракции) от кристаллического зародыша  $\text{HfO}_2$ , растущего в аморфной пленке (рис. 6.2).

**Исходные данные.** Постоянная прибора  $\lambda L = 30,77 \text{ \AA} \cdot \text{мм}$ . Кристаллическая решетка зародыша соответствует ромбической модификации  $\text{HfO}_2$ . Согласно таблице *JCPDS* (карта 21-0904) ее параметры имеют следующие значения:  $a = 5,008 \text{ \AA}$ ,  $b = 5,062 \text{ \AA}$  и  $c = 5,223 \text{ \AA}$ .

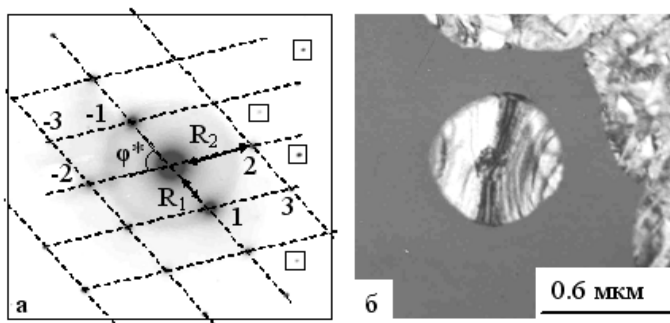


Рис. 6.2. Картина микродифракции (а) и электронно-микроскопическое изображение (б) кристалла  $\text{HfO}_2$ , растущего в аморфной матрице

1. Выделение на электронограмме рефлексов, принадлежащих одной кристаллографической зоне. Для выделения отражений, принадлежащих одной кристаллографической зоне с осью ( $UVW$ ), следует на изображении анализируемой электронограммы начертить узловую сетку, как показано на рис. 6.2, а. Рефлексы, принадлежащие зоне с осью ( $UVW$ ), должны располагаться в узлах этой сетки. Узловую сетку образуют две системы параллельных прямых, находящихся на одинаковом расстоянии одна от другой и проходящих через рефлексы электронограммы. Отражения, не совпадающие с точками пересечения прямых линий, не принадлежат данной кристаллографической зоне с осью

(UVW). На рис. 6.2, *a* они находятся в центре нарисованных на электронограмме квадратиков. Их происхождение обусловлено наличием кристаллитов с иными ориентировками.

2. Определение межплоскостных расстояний. Следует измерить расстояния  $R$  между центральным пятном и другими дифракционными пятнами на электронограмме, положение которых совпадает с узлами нанесенной сетки. В простейшем случае достаточно и двух измерений  $R_1$  и  $R_2$ , выполненных для рефлексов, не лежащих на одной прямой, проходящей через центр электронограммы. С целью повышения точности результата следует измерить расстояние между двумя крайними пятнами, расположенными на прямой, проходящей через ряд пятен и центральное пятно. Полученный результат надо разделить на число пятен, расположенных на этой прямой, исключая центральное пятно. В нашем примере  $R_1 = 10,5$  мм и  $R_2 = 14,8$  мм. В соответствии с (6.11):

$$d_1 = \frac{\lambda L}{R_1} = \frac{30,77}{10,5} \text{ \AA} = 2,93 \text{ \AA}, \quad (6.12, \text{ а})$$

$$d_2 = \frac{\lambda L}{R_2} = \frac{30,77}{14,8} \text{ \AA} = 2,08 \text{ \AA}. \quad (6.12, \text{ б})$$

Заметим, что метод микродифракции позволяет определять межплоскостные расстояния в  $\text{\AA}$  с точностью до второго знака после запятой.

3. Определение углов между дифракционными векторами. С помощью транспортира измерим угол  $\varphi^*$  между линиями, проведенными из центрального рефлекса (000) в места локализации двух произвольных отражений в узлах сетки (рис. 6.2, *a*). В нашем случае это угол между векторами  $R_1$  и  $R_2$ , равный  $63^\circ$ . Полагаем, что точность измерения составляет  $\pm 0,5^\circ$ .

4. Индексирование электронограммы (определение индексов Миллера рефлексов электронограммы). Индексы, приписываемые рефлексам электронограммы, должны верно отражать расстояния и углы между плоскостями исследуемого объекта.

а) Сопоставим найденные значения  $d_1$  и  $d_2$  с данными таблиц *JCPDS*. Согласно карте 21-0904 межплоскостное расстояние  $d_{(111)} = 2,94500 \text{ \AA}$  и  $d_{(121)} = 2,06900 \text{ \AA}$ . Округлим эти числа до второго знака после запятой:  $d_{(111)} = 2,94 \text{ \AA}$  и  $d_{(121)} = 2,07 \text{ \AA}$ . В пределах точности метода микродифракции измеренные значения  $d_1$  и  $d_2$  практически совпадают с табличными значениями  $d_{(111)}$  и  $d_{(121)}$  соответственно.

Значения межплоскостных расстояний  $d$  для ромбической решетки вычисляются по формуле

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}\right)}}; \quad (6.13)$$

б) Сравним измеренное значение угла  $\varphi^*$  с расчетным значением угла  $\varphi$  между плоскостями (111) и (121). Для нашего случая ромбической решетки используем формулу (П.10) прил. 1, п. 1.1:

$$\varphi = \frac{180}{\pi} \cdot \arccos \left( \frac{\frac{h_1 \cdot h_2}{a^2} + \frac{k_1 \cdot k_2}{b^2} + \frac{l_1 \cdot l_2}{c^2}}{\sqrt{\left(\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2}\right)} \cdot \sqrt{\left(\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2}\right)}} \right). \quad (6.14)$$

Подставим в (6.14) табличные значения параметров кристаллической решетки ( $a = 5,008 \text{ \AA}$ ,  $b = 5,062 \text{ \AA}$  и  $c = 5,223 \text{ \AA}$ ), а также индексы Миллера ( $h_1 = 1, k_1 = 1, l_1 = 1, h_2 = 1, k_2 = 2, l_2 = 1$ ). В результате получим значение  $\varphi = 19,5^\circ$ , которое не совпадает с измеренным значением  $\varphi^* = 63^\circ$ . Следовательно, неправомерно приписать рефлексам 1 и 2 соответственно индексы (111) и (121).

в) Среди ряда целочисленных (положительных и отрицательных) значений  $h_1, k_1, l_1, h_2, k_2$ , и  $l_2$  надо выбрать те, которые при подстановке в (6.13) и (6.14) дадут такие величины межплоскостных расстояний и углов, которые в пределах точности метода совпадут с измеренными значениями  $d_1, d_2$  и  $\varphi^*$ . Они и будут индексами Миллера ( $h_1, k_1, l_1$ ) и ( $h_2, k_2, l_2$ )

соответственно для рефлексов 1 и 2 электронограммы на рис. 6.2, а. Поставленная задача легко решается в системе *MatLab* с помощью специально разработанной файл-функции «*fmiller*». Руководство к использованию и текст программы *fmiller* приведены в прил. 1 П.1.2, П.1.3 соответственно.

В табл. 6.1 приведены четыре равноправных (на данном этапе) варианта индексов Миллера, которые в пределах точности эксперимента обеспечивают совпадение измеренных и рассчитанных углов и межплоскостных расстояний, рис. 6.2, а.

Таблица 6.1 – Варианты индексов отражений 1 и 2 электронограммы

Вариант	$\varphi(^{\circ})$	$d_1 (\text{\AA})$	$(h_1 k_1 l_1)$	$d_2 (\text{\AA})$	$(h_2 k_2 l_2)$	$[U V W]$
1	62,84	2,942	(1 1 1)	2,073	(-1 2 1)	[-1 -2 3]
2	62,84	2,942	(1 1 -1)	2,073	(-1 2 -1)	[1 2 3]
3	62,84	2,942	(-1 1 1)	2,073	(1 2 1)	[-1 2 -3]
4	62,84	2,942	(1 -1 1)	2,073	(-1 -2 1)	[1 -2 -3]

В качестве примера индцирования электронограммы используем вариант 1. В соответствии с таблицей, отражению 1 припишем индексы (1 1 1), а отражению 2 – индексы (-1 2 1). Радиус-векторы рефлексов 1, 2 и 3 образуют вместе со следом прямого пучка параллелограмм. Индексы отражения 3 находим по правилу векторного сложения, а именно:

$$h_3 = h_1 + h_2, \quad k_3 = k_1 + k_2, \quad l_3 = l_1 + l_2. \quad (6.15)$$

В соответствии с (6.15), отражение 3 индцируется как (0 3 2). Соотношения, подобные (6.15), должны выполняться для индексов всех отражений заданной кристаллографической зоны.

Обратная решетка кристалла всегда имеет центр инверсии в узле 000. Поэтому на электроннодифракционной картине рефлекс, симметричный относительно центра 000 рефлексу ( $h k l$ ), имеет индексы  $(-h -k -l)$ . Следовательно, отражение -1 на электронограмме рис. 6.2, а индцируется как (-1 -1 -1), отражение -2 индцируется как (1 -2 1), отра-

жение  $-3$  индицируется как  $(0 \ -3 \ -2)$ . Электронограмма, индицированная в соответствии с первым вариантом таблицы, показана на рис. 6.3.

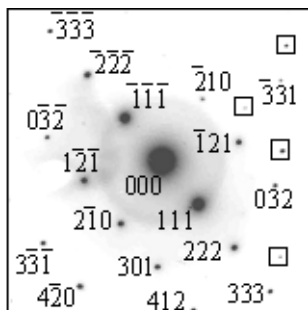


Рис. 6.3. Индицирование электронограммы, показанной на рис. 6.2, а. Ось зоны  $[-1 \ 2 \ 3]$

5. Определение индексов направления оси зоны. Подставив значения  $h_1 = 1$ ,  $k_1 = 1$ ,  $l_1 = 1$ ,  $h_2 = -1$ ,  $k_2 = 2$ , и  $l_2 = 1$  в (6.7), получим индексы направления оси зоны:  $U = -1$ ,  $V = -2$  и  $W = 3$ . Еще проще тот же результат можно получить, пользуясь схемой (6.9):

$$\begin{array}{c} 1 \\ -1 \end{array} \left| \begin{array}{cccc} 1 & \times & 1 & \times & 1 & \times & 1 \\ 2 & & 1 & & -1 & & 2 \end{array} \right| \begin{array}{c} 1 \\ 1 \end{array} \rightarrow [-1 \ -2 \ 3]$$

Отметим, что найденная тройка индексов является одной из четырех возможных, приведенных в табл. 6.1 (седьмой столбец). По установленным индексам оси зоны можно судить о том, является ли данная плоскость обратной решетки плоскостью симметрии этой решетки. Если да, то индцирование рефлексов можно считать законченным уже на этой стадии. Для ряда кристаллических решеток они приведены в табл. 6.2.

Таблица 6.2 – Плоскости обратной решетки, являющиеся плоскостями симметрии

№	Тип решетки	Плоскости симметрии обратной решетки
1	кубическая	$\{100\}^*$ и $\{110\}^*$
2	тетрагональная	$\{100\}^*$ , $(001)^*$ и $\{110\}^*$
3	гексагональная	$\{100\}^*$ , $\{110\}^*$ и $(001)^*$
4	ромбическая	$(100)^*$ , $(010)^*$ и $(001)^*$

В соответствии с табл. 6.2, в ромбической решетке направления  $[-1 \ -2 \ 3]$ ,  $[1 \ 2 \ 3]$ ,  $[-1 \ 2 \ -3]$  и  $[1 \ -2 \ -3]$  не являются осями симметрии четного (второго, четвертого или шестого) порядка. В этом случае однозначное индцирование рефлексов невозможно без привлечения дополнительных данных. Такими данными могут служить “побочные” отражения, связанные с пересечением сферой Эвальда узлов обратной решетки, расположенных над плоскостью основного ее сечения. В нашем случае такие данные отсутствуют.

Сформулируем ответ. Для предложенной электронограммы направление оси зоны может быть задано следующими индексами:

$[-1 \ -2 \ 3]$ ,  $[1 \ 2 \ 3]$ ,  $[-1 \ 2 \ -3]$  или  $[1 \ -2 \ -3]$ .

### Порядок выполнения задания

1. Получить точечную электронограмму (или картину микродифракции) от вещества с известной кристаллической структурой.
2. Выделить на электронограмме рефлексy, принадлежащие одной кристаллографической зоне.
3. Определить межплоскостные расстояния, соответствующие двум рефлексам рассматриваемой кристаллографической зоны.
4. Измерить угол между дифракционными векторами, задающими положение выбранных рефлексов на электронограмме.
5. Проиндцировать электронограмму.
6. Определить индексы направления оси зоны.

### **Вопросы для самопроверки**

1. В каких случаях формируются точечные электронограммы?
2. Что такое кристаллографическая зона?
3. Как связаны осевые векторы обратной решетки с осевыми векторами кристаллической решетки?
4. Сформулируйте закон зоны.
5. Вычислите индексы направления оси зоны, являющейся линией пересечения двух плоскостей с индексами  $(3\ 1\ 5)$  и  $(1\ 0\ 2)$ .
6. Как связаны дифракционный вектор и соответствующее ему межплоскостное расстояние?

### **Список литературы**

1. Электронная микроскопия тонких кристаллов / Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. – М. : Мир, 1968. – 574 с.
2. Поршнев С.В. Matlab 7. Основы работы и программирования / С.В. Поршнев. – М. : БИНОМ, 2006. – 365 с.

### ***Лабораторная работа 7***

#### **Определение статистических характеристик частиц по микрофотографиям**

**Цель работы.** Провести статистический анализ электронно-микроскопического изображения дисперсной системы.

**Краткие теоретические сведения.** Дисперсные системы – это гетерогенные системы из 2 или более фаз с сильно развитой поверхностью между ними. Одна из фаз образует непрерывную дисперсионную среду, по объему или по поверхности которой распределена дисперсная фаза, например, в виде мелких твердых частиц, капель или пузырьков. Дисперсные среды с частицами крупнее 1 мкм обычно называют грубо-дисперсными, с частицами меньших размеров – высокодисперсными. Просвечивающая электронная микроскопия является эффективным ди-



фракционным методом исследования подобных систем. Типичными объектами исследования в этом случае являются островковые металлические пленки на поддерживающей тонкопленочной подложке, выделения кристаллической фазы в тонкопленочной аморфной матрице и др. Основные характеристики дисперсной фазы определяют посредством статистической обработки электронномикроскопических фотографий. Ниже приведены понятия математической статистики, которые могут быть применены при обработке микрофотографий и результатов экспериментов.

*Некоторые понятия математической статистики и их определение.*

1. Выборочная совокупность (выборка) – совокупность случайно отобранных объектов.

2. Генеральная совокупность – совокупность объектов, из которых производится выборка.

3. Объем совокупности (выборочной или генеральной) – число объектов этой совокупности. Например, если из 500 островков Au на электронномикроскопической фотографии для анализа отобрано 90, то объем генеральной совокупности  $N = 500$ , а объем выборки  $n = 90$ .

4. Статистическое распределение выборки. Есть выборка объемом  $n$ . При этом величина, характеризующая отобранные объекты,  $x_1$  наблюдалась  $n_1$  раз,  $x_2$  –  $n_2$  раз,  $x_k$  –  $n_k$  раз. Объем выборки  $n = \sum n_i$ . Тогда:

– варианты – это наблюдаемые значения  $x_i$ ;

– вариационный ряд – последовательность вариантов, записанная в возрастающем порядке;

– частота –  $n_i$  – это число наблюдений значения  $x_i$ .

Относительная частота  $W_i$  определяется как отношение частоты  $n_i$  к объему выборки  $n$ :

$$W_i = \frac{n_i}{n}. \quad (7.1)$$

Статистическое распределение выборки – перечень вариантов и соответствующих им частот или относительных частот.

**Пример.** В табл. 7.1 задан вариационный ряд  $x_i$  (первая строка) и распределение частот  $n_i$  (вторая строка) выборки, объем которой равен  $n = 366$ . В третьей строке представлены относительные частоты, вычисленные согласно (7.1). Контрольный момент: сумма относительных частот равна единице ( $\sum W_i = 0,016 + 0,036 + 0,104 + 0,202 + 0,290 + 0,232 + 0,082 + 0,027 + 0,011 = 1$ ).

Таблица 7.1 – Статистическое распределение выборки

$x_i$	15	20	25	30	35	40	45	50	55
$n_i$	6	13	38	74	106	85	30	10	4
$W_i$	0,016	0,036	0,104	0,202	0,290	0,232	0,082	0,027	0,011

5. Полигон частот. Это ломаная, отрезки которой соединяют точки  $(x_1, n_1), (x_2, n_2), \dots, (x_k, n_k)$ .

6. Полигон относительных частот. Это ломаная, отрезки которой соединяют точки  $(x_1, W_1), (x_2, W_2), \dots, (x_k, W_k)$ .

7. Гистограмма частот – это ступенчатая фигура, состоящая из прямоугольников. Для построения гистограммы интервал, в котором заключены все наблюдаемые значения  $x_i$ , разбивают на несколько частичных интервалов длиной  $h$ . Основание каждого прямоугольника равно  $h$ , а высота равна плотности частоты  $\frac{n_i}{h}$ . Площадь всей гисто-

граммы частот равна объему выборки  $n$ . Например, согласно табл. 7.1, интервал, в котором заключены все наблюдаемые значения  $x_i$ , равен  $55 - 15 = 40$ . Если его разбить на 5 частичных интервалов, то длина каждого частичного интервала будет равна  $h = 8$ . Следовательно, основание каждого прямоугольника будет равно 8, а высота равна плотности частоты  $\frac{n_i}{8}$ .

Численные данные, иллюстрирующие построение гистограммы частот по данным табл. 7.1, приведены в табл. 7.2. На рис. 7.1 изображена гистограмма частот распределения объема  $n = 366$ , приведенного в табл. 7.2.

Таблица 7.2 – частоты распределения с объемом выборки  $n = 366$  (по данным табл. 7.1)

Частичные интервалы ( $h = 8$ )	Середина частичного интервала $x_i^*$	Сумма частот варианта частичного интервала $n_i$	Плотность частоты $f_i = \frac{n_i}{h}$	Выравнивающие частоты $n'_i$	Плотность выравнивающей частоты $f'_i = \frac{n'_i}{h}$
[15 – 23)	19	$6 + 13 = 19$	2,375	16,45	2,056
[23 – 31)	27	$38 + 74 = 112$	14	91,85	11,481
[31 – 39)	35	106	13,25	158,21	19,776
[39 – 47)	43	$85 + 30 = 115$	14,375	84,07	10,509
[47 – 55]	51	$10 + 4 = 14$	1,750	13,76	1,720

Примечание. Контрольный момент состоит в том, что  $\sum \left( \frac{n_i}{h} \right) = \frac{n}{h}$ .

Понятия, приведенные в пятом и шестом столбцах, рассматриваются в пункте 21.

8. Гистограмма относительных частот – это ступенчатая фигура, состоящая из прямоугольников, основаниями которых служат частичные интервалы длиной  $h$ , а высоты равны плотности относительной частоты  $\frac{W_i}{h}$ . Площадь всей гистограммы относительных частот равна единице.

9. Выборочное среднее  $\bar{x}_v$  – это среднее арифметическое значение  $x_i$  выборочной совокупности:

$$\bar{x}_v = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n}. \quad (7.2, a)$$

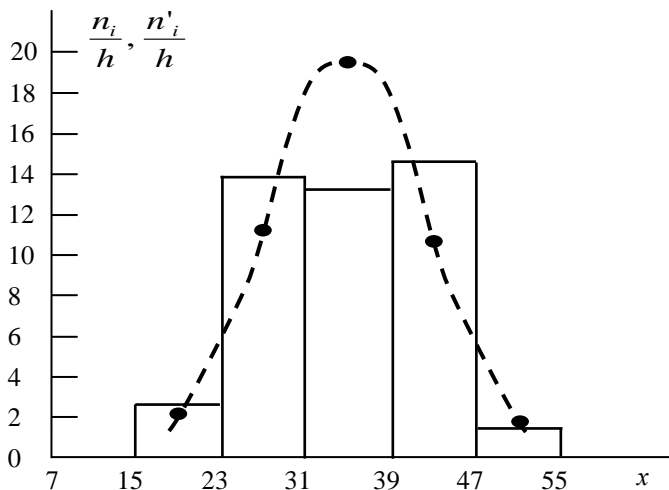


Рис. 7.1. Гистограмма плотности частот ( $\frac{n_i}{h}$ ) и нормальная кривая плотности выравнивающих частот ( $\frac{n'_i}{h}$ ) по данным табл. 7.2

Если значение  $x_i$  реализуется с частотой  $n_i$ , то  $\bar{x}_v$  есть средняя взвешенная значений  $x_i$  с весами, равными соответствующим частотам:

$$\bar{x}_v = \frac{\sum_{i=1}^k n_i x_i}{n}. \quad (7.2, б)$$

Для статистического распределения, приведенного в табл. 7.1,  $\bar{x}_v = 34,699$ .

10а. Выборочная дисперсия  $D_v$  – это среднее арифметическое квадратов отклонения наблюдаемых значений  $x_i$  от их среднего значения  $\bar{x}_v$ :

$$D_v = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_v)^2}{n}. \quad (7.3, а)$$

Если значение  $x_i$  реализуется с частотой  $n_i$ , то  $D_v$  есть средняя взвешенная квадратов отклонений с весами, равными соответствующим частотам:

$$D_v = \frac{\sum_{i=1}^k n_i (x_i - \bar{x}_v)^2}{n}. \quad (7.3, б)$$

Для статистического распределения, приведенного в табл. 7.1,  $D_v = 54,418$ . Дисперсия  $D_v$  характеризует рассеяние наблюдаемых значений  $x_i$  выборки вокруг своего среднего значения  $\bar{x}_v$ .

10б. Исправленная дисперсия  $s^2$ :

$$s^2 = \frac{n}{n-1} D_v = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_v)^2}{n-1}, \quad (7.3, в)$$

$s^2$  является оценкой генеральной дисперсии.

Если значение  $x_i$  реализуется с частотой  $n_i$ , то  $s^2$  задается соотношением:

$$s^2 = \frac{n}{n-1} D_v = \frac{\sum_{i=1}^k n_i (x_i - \bar{x}_v)^2}{n-1}. \quad (7.3, г)$$

Для статистического распределения, приведенного в табл. 7.1,  $s^2 = 54,567$ . На практике исправленной дисперсией пользуются, если объем выборки  $n < 30$ .

11а. Выборочное среднее квадратическое отклонение  $\sigma_v$  (стандарт) – это квадратный корень из выборочной дисперсии:

$$\sigma_v = \sqrt{D_v} \quad (7.4, a)$$

Для статистического распределения, приведенного в табл. 7.1,  $\sigma_v = 7,377$ .

11б. Исправленное среднее квадратическое отклонение  $s$ :

$$s = \sqrt{s^2} . \quad (7.4, б)$$

$s$  является оценкой среднего квадратического отклонения генеральной совокупности. Для статистического распределения, приведенного в табл.1,  $s = 7,387$ . На практике исправленным средним квадратическим отклонением пользуются, если объем выборки  $n < 30$ .

12. Мода  $M_0$  – это варианта  $x_i$ , которая имеет наибольшую частоту. Для ряда  $x_i$ , представленного в табл. 1,  $M_0 = 35$ .

13. Медиана  $m_e$  – это варианта, которая делит вариационный ряд на две части, равные по числу вариант. Если число вариант нечетно, т.е.  $n = 2k + 1$ , то  $m_e = x_{k+1}$ . При четном  $n = 2k$  медиана  $m_e = \frac{x_k + x_{k+1}}{2}$ .

Для ряда  $x_i$ , представленного в табл. 1, медиана  $m_e = 35$ .

14. Размах варьирования  $R$  – это разность между наибольшей и наименьшей вариантами:

$$R = x_{\max} - x_{\min}. \quad (7.5)$$

Размах является простейшей характеристикой рассеяния вариационного ряда. Для ряда  $x_i$ , представленного в табл. 7.1, размах варьирования  $R = 40$ .

15. Среднее абсолютное отклонение  $\Theta$  – это среднее арифметическое абсолютных отклонений:

$$\Theta = \frac{\sum n_i |x_i - \bar{x}_v|}{\sum n_i}. \quad (7.6)$$

Среднее абсолютное отклонение служит для характеристики рассеяния вариационного ряда.

16. Коэффициент вариации  $V$  – это выраженное в процентах отношение выборочного среднего квадратического отклонения  $\sigma_v$  к выборочной средней  $\bar{x}_v$ :

$$V = \frac{\sigma_v}{\bar{x}_v} \cdot 100\% . \quad (7.7)$$

Коэффициент вариации служит для сравнения величин рассеяния двух вариационных рядов. Тот ряд, для которого  $V$  больше, имеет большее рассеяние. Для ряда  $x_i$ , представленного в табл. 7.1, коэффициент вариации  $V = 21,260$ .

17. Обычный эмпирический момент порядка  $k$  – это среднее значение  $k$  – х степеней разности  $x_i - c$ :

$$M'_k = \frac{\sum n_i (x_i - c)^k}{n} , \quad (7.8)$$

где  $c$  – произвольное постоянное число (ложный нуль).

18. Начальный эмпирический момент порядка  $k$  – это обычный момент порядка  $k$  при  $c = 0$ :

$$M_k = \frac{\sum n_i x_i^k}{n} . \quad (7.9)$$

При  $k = 1$  выражение (7.9) совпадает с выражением (7.2, б), т.е. начальный эмпирический момент первого порядка равен выборочной средней:

$$M_1 = \bar{x}_v .$$

19. Центральный эмпирический момент порядка  $k$  – это обычный момент порядка  $k$  при  $c = \bar{x}_v$ :

$$m_k = \frac{\sum n_i (x_i - \bar{x}_v)^k}{n} . \quad (7.10)$$

При  $k = 2$  выражение (7.10) совпадает с выражением (7.3, б), т.е. центральный эмпирический момент второго порядка равен выборочной дисперсии:  $m_2 = D_v$ .

20. Эмпирические частоты – это фактически наблюдаемые частоты  $n_i$ .

21. Выравнивающие (теоретические) частоты  $n'_i$  – это частоты, найденные согласно соотношению

$$n'_i = nP_i, \quad (7.11)$$

где  $n$  – число испытаний;  $P_i$  – вероятность наблюдаемого значения  $x_i$  в случае предполагаемого дискретного распределения случайной величины  $x$ . В случае предполагаемого непрерывного распределения случайной величины  $P_i$  есть вероятность попадания  $x$  в  $i$ -й частичный интервал. В частности, если предполагается нормальное распределение случайной величины, то выравнивающие частоты могут быть найдены по формуле

$$n'_i = \frac{nh}{\sigma_v \sqrt{2\pi}} \exp \left[ -\frac{(x_i - \bar{x}_v)^2}{2\sigma_v^2} \right], \quad (7.12)$$

где ширина интервала

$$h = \frac{x_{\max} - x_{\min}}{k}. \quad (7.13)$$

Контрольный момент: сумма выравнивающих частот равна числу испытаний  $n$  ( $\sum n'_i = n$ ).

В качестве примера найдем теоретические частоты распределения, представленного в табл. 7.1. Предполагается, что генеральная совокупность распределена нормально. Весь интервал наблюдаемых значений выборки разделим на  $k$  частичных интервалов шириною  $h$ . Например, если  $k = 5$ , то, согласно (7.13),  $h = \frac{55 - 15}{5} = 8$ .

Далее находим середины частичных интервалов:  $x_i^* = \frac{x_i + x_{i+1}}{2}$

(второй столбец табл. 7.2). В качестве частоты  $n_i$  варианты  $x_i^*$  принимают число вариантов, которые попали в  $i$ -й интервал (третий столбец табл. 7.2). Выравнивающие частоты  $n'_i$  находим по формуле (7.12) (пятый столбец табл. 7.2). В шестом столбце табл. 7.2 приведена плотность



выравнивающей частоты  $\frac{n'_i}{h}$ . По этим данным построена нормальная кривая (пунктирная линия на рис. 7.1).

22. Асимметрия эмпирического распределения  $a_s$ . Она определяется равенством

$$a_s = \frac{m_3}{\sigma_v^3}, \quad (7.14)$$

где  $m_3$  — центральный эмпирический момент третьего порядка. Для нормального распределения  $a_s = 0$ . Асимметрия положительна, если «длинная часть» кривой распределения расположена справа от математического ожидания и отрицательна, если слева. Для статистического распределения, приведенного в табл. 7.1, асимметрия  $a_s = -0,101$ .

23. Эксцесс эмпирического распределения  $e_k$ . Он определяется равенством

$$e_k = \frac{m_4}{\sigma_v^4} - 3, \quad (7.15)$$

где  $m_4$  — центральный эмпирический момент четвертого порядка. Для нормального распределения  $\frac{m_4}{\sigma_v^4} = 3$ , и, следовательно,  $e_k = 0$ . Если экс-

цесс положительный, то кривая этого распределения имеет более высокую и «острую» вершину, чем нормальная кривая. Если эксцесс отрицательный, то кривая распределения имеет более низкую и «плоскую» вершину, чем нормальная кривая. Для статистического распределения, приведенного в табл. 7.1, эксцесс  $e_k = 0,243$ .

В прил. 2, П.2.1 приведены некоторые функции системы MATLAB, позволяющие вычислять статистические характеристики, относящиеся к дисперсным средам.

### Порядок выполнения задания

1. Получить на фотопластинке (фото пленке) электронно-микроскопическое изображение высокодисперсного объекта.

2. С помощью фотосканера провести его оцифровку. При сканировании желательно использовать разрешение не менее 600 dpi. Тип изображения – серый, 8 бит. Изображение сохранить в виде файла с расширением «jpg».

3. С помощью команд «**imread**» и «**imshow**» в окне «**Command Window**» получить изображение объекта. Перед этим необходимо убедиться, что требуемый файл находится в той папке, которая высвечена в окне «**Current Folder**» (см. прил. 2, П.2.2).

4. Вызвать файл-функцию «**fsize**». Для этого в окне «**Command window**» следует набрать имя файл-функции и нажать клавишу «**Enter**». Описание файл-функции «**fsize**» и ее листинг приведены в прил. 2, П.2.3 и П.2.5 соответственно.

5. Провести измерение размеров микрочастиц (не менее 30) и определить их статистические характеристики. Результаты измерений оформить в виде гистограммы.

### Вопросы для самопроверки

1. Какие среды называют грубодисперсными, а какие – высокодисперсными?

2. Что такое выборочная дисперсия и выборочное среднее квадратическое отклонение (стандарт)?

3. По электронно-микроскопической фотографии проведено измерение размеров ряда случайно отобранных частиц Au, из которых составлена выборка (данные приведены в нанометрах): 2,1; 3,3; 3,4; 5,4; 5,8; 6,5; 6,6; 7,6; 4,5; 4,1; 4,4; 3,4; 3,7; 3,8. Чему равен объем выборки? Определите выборочную дисперсию и выборочное среднее квадратическое отклонение.

4. Что называется коэффициентом вариации? Определите коэффициент вариации для элементов выборки, приведенной в задании 3.

5. Дайте определение обычного эмпирического момента порядка  $k$ . Вычислите обычный эмпирический момент пятого порядка ( $k = 5$ ) для

элементов выборки, приведенной в задании 3. Для ложного нуля задайте значение, равное 2.

6. Дайте определение начального эмпирического момента порядка  $k$ . Вычислите начальный эмпирический момент первого порядка ( $k = 1$ ) для элементов выборки, приведенной в задании 3. Сопоставьте полученный результат с выборочным средним значением.

7. Что называется центральным эмпирическим моментом порядка  $k$ ? Вычислите центральный эмпирический момент второго порядка ( $k = 2$ ) для элементов выборки, приведенной в задании 3. Сопоставьте полученный результат со значением выборочной дисперсии.

8. Что называется медианой? Чему равна медиана для элементов выборки, приведенной в задании 3?

9. Что такое гистограмма частот и каков принцип ее построения? Постройте гистограмму частот для элементов выборки, приведенной в задании. Используйте 8 частичных интервалов. Какие величины откладываются по осям абсцисс и ординат гистограммы?

10. Дайте определение выравнивающих (теоретических) частот. Постройте нормальную кривую по элементам выборки, приведенной в задании 3. Используйте 8 частичных интервалов.

11. Осуществите совместное построение гистограммы и нормальной кривой по данным, соответствующим элементам выборки, приведенной в задании 3.

12. Каким равенством определяется асимметрия эмпирического распределения? Вычислите асимметрию распределения, задаваемого элементам выборки, приведенной в задании 3. Дайте пояснение знаку полученного числа.

13. Каким равенством определяется эксцесс эмпирического распределения? Вычислите эксцесс распределения, задаваемого элементам выборки, приведенной в задании 3. Дайте пояснение знаку полученного числа.

14. В каком виде в памяти компьютера хранятся цифровые изображения?

15. Как определить число пикселей вдоль прямой, соединяющей две выбранные точки на изображении?

### **Список литературы**

1. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии / Г. Шиммель – М. : Мир, 1972. – 300 с.
2. Гмурман В.С. Теория вероятностей и математическая статистика / В.С. Гмурман. – М. : Высшая школа, 1972. – 368 с.
3. Колупаев И.Н. Количественная обработка цифровых изображений микроструктур. (Система MatLab) : учеб.-метод. пособ. по курсу «Численные методы математики и математической физики» / И.Н. Колупаев, И.Г. Шипкова. – Х. : НТУ «ХПИ», 2006. – 82 с.
4. Гонсалес Р. Цифровая обработка изображений в среде MATLAB / Р. Гонсалес, Р. Вудс, С. Эддинс. – М. : Техносфера, 2006. – 616 с.

### **Лабораторная работа 8**

#### **Определение относительного изменения плотности вещества при кристаллизации аморфной пленки в электронном микроскопе**

**Цель работы.** Определить относительное изменение плотности вещества при кристаллизации аморфной пленки, вызванной ее нагревом в электронном микроскопе.

**Краткие теоретические сведения.** Фазовый переход (фазовое превращение) – скачкообразное изменение физических свойств при непрерывном изменении внешних параметров. Различают фазовые переходы двух родов. При фазовом переходе I рода скачком меняются такие термодинамические характеристики вещества, как плотность, концентрация компонентов и др. Это широко распространенное в природе явление. К фазовым переходам I рода относятся: испарение и конденсация, плавление и затвердевание, сублимация и конденсация в твердую фазу. Некоторые структурные переходы в твердых телах также являют-

ся фазовыми превращениями I рода, например, образование мартенсита в сплаве Fe – C. В чистых сверхпроводниках достаточно сильное магнитное поле вызывает фазовое превращение I рода из сверхпроводящего в нормальное состояние. При фазовом переходе I рода в единице массы вещества выделяется или поглощается определенное количество теплоты, называемое теплотой фазового перехода.

Для фазовых переходов II рода характерно отсутствие скачкообразного изменения плотности вещества, концентрации компонентов, теплоты перехода. К фазовым переходам II рода относятся: переход парамагнетик – ферромагнетик, сопровождаемый появлением макроскопического магнитного момента; переход парамагнетик – антиферромагнетик, сопровождаемый появлением антиферромагнитного упорядочения; переход  $^3\text{He}$  и  $^4\text{He}$  в сверхтекучее состояние и т. д.

Фазовый переход вещества из аморфного в кристаллическое состояние, т.е. кристаллизация, относится к фазовым переходам I рода. В результате кристаллизации происходит выделение теплоты фазового перехода (теплоты кристаллизации) и скачкообразное изменение плотности вещества на величину  $\Delta\rho$ , равную  $\rho_c - \rho_a$ , где  $\rho_c$  и  $\rho_a$  плотность вещества в кристаллическом и аморфном состояниях соответственно. Относительное изменение плотности вещества при кристаллизации  $\eta$  определим как:

$$\eta = \frac{\Delta\rho}{\rho_a} = \frac{\rho_c - \rho_a}{\rho_a} . \quad (8.1)$$

Выделим в аморфном образце параллелепипед со сторонами  $X_a$ ,  $Y_a$  и  $Z_a$ , внутри которого сосредоточена масса вещества, равная  $m$  (рис. 8.1).

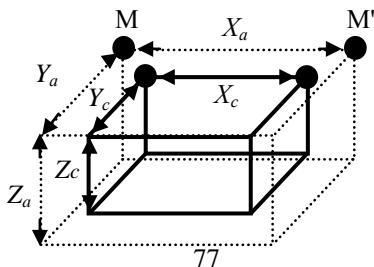


Рис. 8.1. К методике электронно-микроскопического определения относительного изменения плотности при кристаллизации вещества

Тогда плотность аморфного вещества  $\rho_a = \frac{m}{X_a Y_a Z_a}$ . После кристаллиза-

ции образца эта же масса  $m$  будет расположена внутри параллелепипеда со сторонами  $X_c$ ,  $Y_c$  и  $Z_c$ . Плотность кристаллического вещества

$\rho_c = \frac{m}{X_c Y_c Z_c}$ . Подставив  $\rho_a$  и  $\rho_c$  в (8.1), получим:

$$\eta = \frac{X_a Y_a Z_a}{X_c Y_c Z_c} - 1. \quad (8.2)$$

В аморфном состоянии вещество является изотропным, поскольку отсутствует дальний порядок. В кристаллическом состоянии вещество анизотропное. Однако в случае мелкокристаллического вещества этой анизотропией можно пренебречь. Поэтому с достаточной степенью

точности можно считать, что  $\frac{X_a}{X_c} = \frac{Y_a}{Y_c} = \frac{Z_a}{Z_c}$ . С учетом последнего вы-

ражение (8.2) приобретает окончательный вид:

$$\eta = \left( \frac{X_a}{X_c} \right)^3 - 1. \quad (8.3)$$

Выражение (8.3) является ключевым при определении относительного изменения плотности вещества методом электронной микроскопии. Для того, чтобы определить  $\eta$ , необходимо сделать две электронно-микроскопические фотографии одного и того же участка пленки до и после кристаллизации (рис. 8.2). После этого надо измерить расстояния  $X_a$  и  $X_c$  между фиксированными метками, жестко связанными с образцом. Если пленка получена методом импульсного лазерного осаждения, то в качестве меток удобно использовать затвердевшие микрокапли расплава (т.н. «брызговой эффект»). Микрокапли жестко связаны с пленкой. Поэтому изменение расстояния между ними в результате

кристаллизации обусловлено не движением микрокапель относительно пленки, а изменением плотности самой пленки. На рис. 8.1, рис. 8.2 такие метки обозначены как М и М'. Величину  $\eta$  можно определить, подставив численные значения  $X_a$  и  $X_c$  в (8.3).

Если на каждой из микрофотографий присутствует  $n$  меток, то число  $N$  возможных измерений расстояний между метками до и после кристаллизации (т.е.  $X_{ai}$  и  $X_{ci}$ ) составит  $\frac{n(n-1)}{2}$ . В этом случае по фор-

муле (8.3) мы получим  $\frac{n(n-1)}{2}$  различных, но близких по значению ве-

личин  $\eta$ , подлежащих статистической обработке. Достоверность полученного результата растет с увеличением объема выборки (т.е. с ростом числа  $N$  измеренных значений  $\eta$ ). Увеличить объем выборки  $N$  можно посредством многократных повторных измерений расстояний между метками до и после кристаллизации пленки.

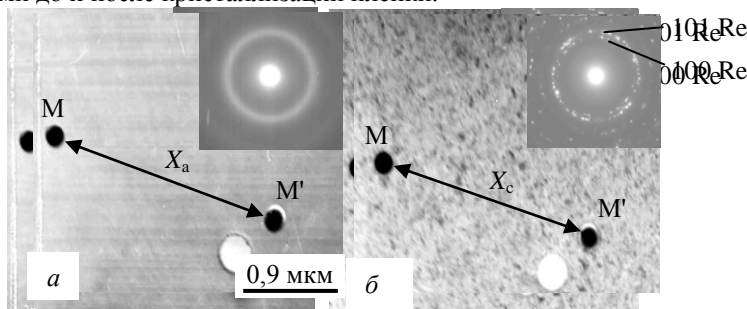


Рис. 8.2. Электронно-микроскопическое изображение пленки Re в исходном аморфном состоянии (а) и после ее кристаллизации электронным лучом (б). В правом верхнем углу каждого снимка приведены картины микродифракции, свидетельствующие о переходе Re из аморфного в кристаллическое состояние со структурой ГПУ

Значения  $X_a$  и  $X_c$  определяются по микрофотографиям как результат прямых измерений. Значения  $\eta$  вычисляются согласно соотношению (8.3) и являются косвенными измерениями. Кристаллизация

данной аморфной пленки является необратимым процессом, и условия проведения косвенных измерений являются невоспроизводимыми. Вследствие этого обработка результатов должна проводиться так же, как и при прямых измерениях.

#### *Статистический анализ результатов измерений*

Пусть в результате  $N$  измерений величина  $\eta$  последовательно принимает значения  $\eta_1, \eta_2, \dots, \eta_N$ . Весь интервал значений  $\eta$  от минимального значения  $\eta_{\min}$  до максимального значения  $\eta_{\max}$  разобьем на  $k$  одинаковых интервалов длиной  $\Delta\eta$ , согласно соотношению:

$$\Delta\eta = \frac{\eta_{\max} - \eta_{\min}}{k}. \quad (8.4)$$

Тогда первый интервал  $\Delta\eta_1$  охватит значения  $\eta$  от  $\eta_{\min}$  до  $\eta_{\min} + \Delta\eta$ ; второй интервал  $\Delta\eta_2$  охватит значения от  $\eta_{\min} + \Delta\eta$  до  $\eta_{\min} + 2\Delta\eta$  и т.д. Последний интервал  $\Delta\eta_k$  охватит значения  $\eta$  от  $\eta_{\min} + (k-1)\Delta\eta$  до  $\eta_{\min} + k\Delta\eta$ .

Определим частоты появлений измеренных значений  $\eta$  в интервале  $\Delta\eta_1$  как  $\Delta N_1$ ; в интервале  $\Delta\eta_2$  как  $\Delta N_2$  и т.д. В последнем интервале  $\Delta\eta_k$  частота появлений измеренных значений  $\eta$  составит  $\Delta N_k$ . Относительные частоты  $\nu_i$  появлений измеренных значений  $\eta$  в  $i$ -том интервале  $\Delta\eta_i$  определим как:

$$\nu_i = \frac{\Delta N_i}{N}. \quad (8.5)$$

Естественно, что сумма относительных частот должна равняться единице:

$$\sum_{i=1}^k \nu_i = 1. \quad (8.6)$$

Выражение (8.6) должно использоваться для проверки вычисленных значений всей совокупности относительных частот.

Для отображения того факта, что при измерении  $\eta$ , являющейся постоянной величиной для рассматриваемого вещества пленки, разные ее значения реализуются с разными частотами, строится гистограмма относительных частот (рис. 8.3). По оси абсцисс отложены значения  $\eta$ ,



разбитые на интервалы шириной  $\Delta\eta$ . По оси ординат отложены значения относительных частот  $v$ .

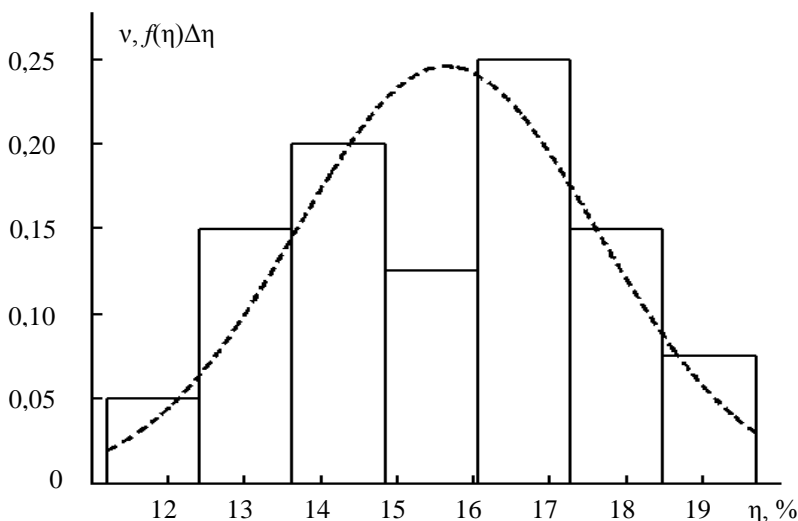


Рис. 8.3. Гистограмма относительных частот  $v$  и кривая распределения значений измеренной величины  $\eta$ , соответствующая распределению Гаусса (пунктирная кривая)

При неограниченном возрастании  $N$  и  $k$  ширина интервала  $\Delta\eta$  становится бесконечно малой (равной  $d\eta$ ). Вершины столбцов гистограммы образуют непрерывную линию, т.н. кривую распределения значений измеренной величины  $\eta$ . Этой кривой отвечает такая функция распределения измеренной величины  $f(\eta)$ , что произведение  $f(\eta)d\eta$  есть вероятность попадания измеренного значения  $\eta$  в интервал от  $\eta$  до  $\eta + d\eta$ . Функция  $f(\eta)$  является плотностью вероятности такого попада-

ния. Она удовлетворяет условию:

$$\int_0^{\infty} f(\eta) d\eta = 1. \quad (8.7)$$

Во многих случаях аналитический вид  $f(\eta)$  соответствует так называемую «нормальному распределению», или распределению Гаусса:

$$f(\eta) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(\eta-\mu)^2}{2\sigma^2}\right]. \quad (8.8)$$

В выражении (8.8)  $\mu$  есть математическое ожидание, а  $\sigma$  – среднее квадратическое отклонение нормального распределения;  $\sigma^2$  – дисперсия непрерывной случайной величины.

Поскольку число измерений ограничено ( $N \neq \infty$ ), то значения  $\mu$ ,  $\sigma^2$  и  $\eta$  остаются неизвестными. Их можно приблизительно оценить так называемой выборочной (исправленной) дисперсией  $s^2$ :

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (\eta_i - \langle \eta \rangle)^2}{N-1}. \quad (8.9)$$

В выражении (8.9)  $\langle \eta \rangle$  есть среднее арифметическое значение  $\eta$ :

$$\langle \eta \rangle = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \eta_i. \quad (8.10)$$

С помощью  $s^2$  вводится понятие об исправленном среднем квадратичном отклонении  $s$ , характеризующем рассеяние результатов измерения величины  $\eta$ :

$$s = \sqrt{s^2}. \quad (8.11)$$

Погрешность  $\Delta\eta(\alpha)$ , ограничивающая доверительный интервал, устанавливается соотношением

$$\Delta\eta(\alpha) = s \cdot t_\alpha(N), \quad (8.12)$$

где  $t_\alpha(N)$  – коэффициент Стьюдента. Значения коэффициентов Стьюдента по заданному значению надежности  $\alpha$  и величине  $N$  определяют с

помощью специальной таблицы, приведенной в прил. 3, П.3.1.

Результат измерений величины относительного изменения плотности при кристаллизации пленки определяют формулой

$$\eta = \langle \eta \rangle \pm \Delta\eta(\alpha). \quad (8.13)$$

В соответствии с (8.13), истинное значение величины  $\eta$  попадает в доверительный интервал  $(\langle \eta \rangle - \Delta\eta(\alpha); \langle \eta \rangle + \Delta\eta(\alpha))$  с надежностью, равной  $\alpha$ .

Рассмотрим следующий пример. Пусть в результате  $N = 40$  измерений величина  $\eta$  последовательно принимает значения: 17,5; 16,9; 13,4; 16,6; 14,1; 19,1; 15,6; 19,3; 14,7; 17,0; 15,5; 11,2; 13,5; 17,0; 15,6; 13,2; 14,3; 16,2; 13,5; 17,8; 14,3; 19,7; 13,3; 16,1; 12,3; 14,1; 14,4; 16,6; 17,8; 16,3; 14,9; 17,5; 17,5; 16,0; 16,9; 16,6; 13,5; 17,4; 14,2; 14,4. Весь интервал значений  $\eta$  от минимального значения  $\eta_{\min} = 11,2$  до максимального значения  $\eta_{\max} = 19,7$  разбиваем на  $k = 7$  одинаковых интервалов длиной  $\Delta\eta = 1,2$ . Первый интервал охватывает значения  $\eta$  от 11,2 до 12,4; второй интервал охватывает значения от 12,4 до 13,6. Последний интервал  $\Delta\eta_k$  охватит значения  $\eta$  от 18,5 до 19,7. Соответствующая гистограмма относительных частот приведена на рис. 8.3.

В соответствии с (8.10), среднее арифметическое значение  $\langle \eta \rangle = 15,6$ . Согласно (8.9), выборочная (исправленная) дисперсия  $s^2 = 3,9$ , а согласно (8.11), исправленное среднее квадратичное отклонение  $s = 2,0$ . График функции  $f(\eta)\Delta\eta$ , соответствующий распределению Гаусса (8.8), приведен на рис. 8.3 (пунктирная линия). При построении графика сделано допущение, что  $\mu = \langle \eta \rangle$ ,  $\sigma = s$  и  $\sigma^2 = s^2$ .

Задав значение надежности  $\alpha = 0,95$  при  $N = 40$ , по таблице из приложения 1 определяем численное значение коэффициента Стьюдента  $t_{0,95}(40) = 2,1$ . В соответствии с (8.12), погрешность, ограничивающая доверительный интервал,  $\Delta\eta = 2,0 \cdot 2,1 = 4,2$ . Согласно (8.13), результат измерений представим в виде:  $\eta = 15,6 \pm 4,2$ . Следовательно, истинное значение величины  $\eta$  попадает в доверительный интервал (11,4; 19,8) с надежностью, равной 0,95.

В приложении П.3.2 приведены некоторые функции системы MATLAB, облегчающие проведение статистической обработки результатов измерений.

### Порядок выполнения работы

1. Выбрать в поле зрения электронного микроскопа участок аморфной пленки, содержащий метки, подобные тем, что приведены на рис. 8.2, *а*. Сфотографировать его на фотопластинку.

2. Не перемещая образец, закристаллизовать этот участок пленки, используя термический или электронно-лучевой нагрев. После остывания образца сфотографировать закристаллизованный участок пленки (подобный приведенному на рис. 8.2, *б*) на фотопластинку.

3. С помощью фотосканера провести оцифровку полученных изображений участка пленки до и после кристаллизации. Для этого обе фотопластинки на сканере следует расположить рядом и сканировать одновременно. При сканировании желательно использовать разрешение не менее 600 dpi. Тип изображения – серый, 8 бит. Изображение сохранить в виде файла с расширением «jpg».

4. Запустить приложение MATLAB. Получить изображение объекта, записав в окне «**Command Window**» команды, содержащие функции «**imread**» и «**imshow**». Перед этим необходимо убедиться, что требуемый файл находится в той папке, которая отображена в окне «**Current Folder**» (см. приложение П.3.2).

5. Вызвать файл функции «**fdensity**». Для этого в окне «**Command window**» следует набрать имя файл функции и нажать клавишу «**Enter**».

6. Провести измерение расстояний между метками до и после кристаллизации пленки (не менее 8). Результаты измерений оформить в виде соотношения, подобного соотношению (8.13), а также в виде в гистограммы, подобной приведенной на рис. 8.3.

### Вопросы для самопроверки

1. Что такое фазовый переход (фазовое превращение)?

2. Чем отличается фазовый переход I рода от фазового перехода II рода?
3. Приведите примеры фазовых переходов I и II рода.
4. Что такое плотность вещества и как она изменяется при фазовом превращении из аморфного в кристаллическое состояние?
5. Выведите формулу, связывающую расстояние между метками в пленке в аморфном и кристаллическом состояниях с относительным изменением плотности при кристаллизации пленки.
6. Если на микрофотографии пленки изображено  $n$  меток, то какое число линий между метками можно провести на фотоснимке?
7. Что такое относительная частота появления измеренных значений физической величины в заданном интервале и чему равна сумма всех относительных частот?
8. Что такое гистограмма относительных частот и как она строится?
9. Какому условию удовлетворяет функция плотности вероятности?
10. Запишите аналитический вид функции распределения Гаусса.
11. Что такое выборочная исправленная дисперсия и исправленное среднее квадратичное отклонение?
12. Как определить доверительный интервал по заданным уровню надежности и числу измерений физической величины?

### **Список литературы**

1. А. С. № 1689794 СССР, МКИ G 01 N 9 / 00. Способ определения относительного изменения плотности / А.Г. Багмут, Г.П. Николайчук (СССР). – № 4713629 / 25; Заявл. 04.07.89; Опубл. 07.11.91, Бюл. № 41.
2. Багмут А.Г. Электронная микроскопия пленок, осажденных лазерным испарением / А.Г. Багмут. – Х. : НТУ «ХПИ», 2014.
3. Гмурман В.С. Теория вероятностей и математическая статистика / В.С. Гмурман. – М. : Высшая школа, 1972. – 368 с.
4. Колупаев И.Н. Количественная обработка цифровых изображений микроструктур. (Система MatLab): учеб.-метод. пособие по курсу

«Численные методы математики и математической физики» / И.Н. Колупаев, И.Г. Шипкова. – Х. : НТУ «ХПИ», 2006. – 82 с.

5. Поршнев С.В. Matlab 7. Основы работы и программирования / С.В. Поршнев. – М. : БИНОМ, 2006. – 365 с.

6. Мещеряков В.В. Задачи по статистике и регрессионному анализу / В.В. Мещеряков. – М. : Диалог Мифи, 2009. – 448 с.

7. Методические указания к лабораторным работам по разделу «Механика» курса физики / сост. Базакуца В.А., Лебедева М.В., Сук А.Ф. и др. – Х. : ХПИ, 1989. – 198 с.

## РАЗДЕЛ 2. ЗАДАЧИ С РЕШЕНИЯМИ

### Задача 2.1

Определить длину волны  $\lambda$  электрона при ускоряющих напряжениях электронной пушки  $U = 25, 50, 75, 100$  и  $125$  кВ без учета (а) и с учетом (б) релятивистских эффектов. Как зависит величина релятивистской поправки  $\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$  от ускоряющего напряжения? Результаты оформить в виде таблицы.

### Решение

а) электрон, прошедший разность потенциалов  $U$ , приобретает кинетическую энергию  $\frac{m_0 v^2}{2} = eU$ . При этом импульс электрона  $p = m_0 v = \sqrt{2m_0 eU}$ . Длина волны электрона  $\lambda$  определяется формулой де Бройля (лаб. 1., 1.1):

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eU}}. \quad (2.1)$$

После подстановки в (2.1) численных значений фундаментальных констант получим приближенное выражение для расчета  $\lambda$ :

$$\lambda = \frac{6,63 \cdot 10^{-34}}{\sqrt{2 \cdot 9,11 \cdot 10^{-31} \cdot 1,6 \cdot 10^{-19} \cdot U}} \text{ нм} = \sqrt{\frac{1,5}{U}} \text{ нм}, \quad (2.2)$$

где  $U$  измеряется в вольтах.

б) для расчета  $\lambda$  с учетом релятивистских эффектов следует воспользоваться выражением (лаб.1, 1.2).

Результаты расчета  $\lambda$  сведены в таблицу. Анализ данных, приведенных в таблице показывает, что с ростом ускоряющего напряжения электронной пушки длина волны электронов монотонно уменьшается. При этом роль релятивистских эффектов возрастает.

Зависимости длины волны электронов  $\lambda$  и релятивистской поправки  $\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$  от ускоряющего напряжения электронной пушки приведены в таблице.

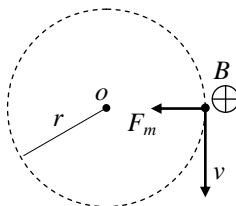
$U$ , кВ	$\lambda$ , нм		$\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$ , %
	Без учета релятивистских эффектов	С учетом релятивистских эффектов	
25	0,00775	0,00767	1,0
50	0,0055	0,0054	1,9
75	0,0045	0,0043	4,7
100	0,0039	0,0037	5,4
125	0,0035	0,0033	6,1

## Задача 2.2

Пройдя разность потенциалов  $U = 50$  кВ, электрон влетает в однородное магнитное поле с индукцией  $B = 0,9$  Тл, перпендикулярно его линиям индукции. Определить радиус траектории электрона.

### Решение

Электрон, прошедший разность потенциалов  $U$ , приобретает кинетическую энергию  $\frac{m_0 v^2}{2} = eU$ . В этом случае (в нерелятивистском приближении) скорость электрона составит



$$v = \sqrt{\frac{2eU}{m_0}} = \sqrt{\frac{2 \cdot 1,6 \cdot 10^{-19} \cdot 50 \cdot 10^3}{9,11 \cdot 10^{-31}}} \text{ м} \cdot \text{с}^{-1} = 1,33 \times 10^8 \text{ м} \cdot \text{с}^{-1}. \text{ В магнитном}$$

поле с индукцией  $B$  на электрон, движущийся со скоростью  $v$  перпендикулярно  $B$ , действует сила Лоренца (лаб. 1, 1.3), модуль которой  $F_m = evB$ . Сила Лоренца обуславливает центростремительное ускорение электрона при его движении по окружности:

$$evB = \frac{mv^2}{r}.$$

Отсюда находим радиус  $r$  траектории:

$$r = \frac{mv}{eB} = \frac{9,11 \cdot 10^{-31} \cdot 1,33 \cdot 10^8}{1,6 \cdot 10^{-19} \cdot 0,9} \text{ м} = 0,84 \text{ мм}.$$

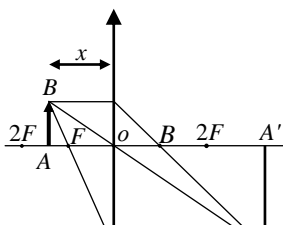
### Задача 2.3

Построить изображение плоского предмета  $AB$ , установленного перпендикулярно к главной оптической оси собирающей линзы в двух случаях. 1. Расстояние  $x$  от предмета до линзы больше фокусного расстояния  $F$ , но меньше  $2F$ . 2. Расстояние  $x$  от предмета до линзы меньше фокусного расстояния  $F$ . Дать характеристику полученным изображениям. Определить линейное увеличение построенных изображений.

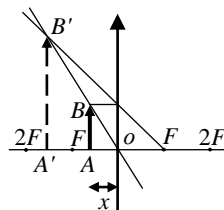
### Решение

1. Построить изображение точки предмета можно, используя любые два из следующих трех лучей: а. Луч, падающий на линзу параллельно главной оптической оси. Этот луч после прохождения через линзу проходит через главный фокус линзы. б. Луч, проходящий через оптический центр линзы. Он не изменяет своего первоначального направления. в. Луч, проходящий через главный фокус. После прохождения через линзу этот луч идет параллельно главной оптической оси.

На рисунке, *а* приведено построение изображения  $A'B'$  предмета  $AB$  для случая  $2F > x > F$ . Изображение действительное, увеличенное и



88





обратное. Измерив длины отрезков  $AB$  и  $A'B'$ , вычислим линейное увеличение изображения в линзе:  $M_l = \frac{A'B'}{AB} = 2,3$ .

2. На рисунке, б приведено построение изображения  $A'B'$  предмета  $AB$  для случая  $x < F$ . Изображение мнимое, увеличенное и прямое. Измерив длины отрезков  $AB$  и  $A'B'$ , вычислим линейное увеличение изображения в линзе:  $M_l = \frac{A'B'}{AB} = 2,5$ .

#### **Задача 2.4**

Линейное увеличение собирающей линзы (лупы)  $M_l = 6$ . Определить фокусное расстояние лупы  $F$ .

#### **Решение**

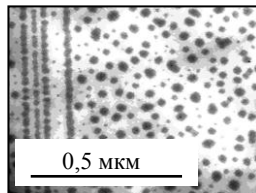
Лупа создает мнимое изображение, которое должно находиться от глаза на расстоянии не меньше, чем расстояние наилучшего зрения  $l_{nz}$ . Расстояние наилучшего зрения есть минимальное расстояние, на котором глаз может обеспечить четкую фокусировку. Для здорового глаза человека  $l_{nz} = 25$  см. Линейное увеличение лупы задается соотношением:

$$M_l = 1 + \frac{l_{nz}}{F}.$$

Откуда  $F = \frac{l_{nz}}{M_l - 1} = 5$  см.

### Задача 2.5

Длине  $x_s = 2$  см масштабного отрезка на электронно-микроскопической фотографии ставится в соответствие расстояние между двумя точками объекта  $x_o = 0,5$  мкм. Определить, при каком увеличении  $M$  выполнена микрофотография. Чему будет равно  $x_o$ , если увеличить  $M$  в 5 раз при сохранении прежнего значения  $x_s$ ? Чему будет равно  $x_s$ , если уменьшить  $M$  в два раза при сохранении прежнего значения  $x_o$ ? Построить изображения масштабных отрезков.



### Решение

Увеличение задается отношением  $x_s$  и  $x_o$ :

$$M = \frac{x_s}{x_o} = \frac{2 \cdot 10^{-2}}{0,5 \cdot 10^{-6}} = 40000.$$

Если увеличение микрофотографии составит  $5M$  при сохранении прежнего значения  $x_s$ , то  $x_o = \frac{x_s}{5 \cdot M} = \frac{2 \cdot 10^{-2}}{5 \cdot 40000} = 0,1$  мкм.

Если увеличение микрофотографии составит  $0,5M$  при сохранении прежнего значения  $x_o$ , то  $x_s = \frac{Mx_o}{2} = \frac{40000 \cdot 0,5 \cdot 10^{-6}}{2} = 1$  см.

Изображения масштабных отрезков для трех значений увеличения микрофотографии приведены в таблице.

Увеличение	40000	200000	20000
Изображение масштабного отрезка	<u>0,5 мкм</u>	<u>0,1 мкм</u>	<u>0,5 мкм</u>

### Задача 2.6

Определить величину оптимальной угловой апертуры  $\alpha_{opt}$  и предельное разрешение электронного микроскопа  $\delta$  при ускоряющих напряжениях электронной пушки  $U = 25, 50, 75, 100$  и  $125$  кВ и коэффи-

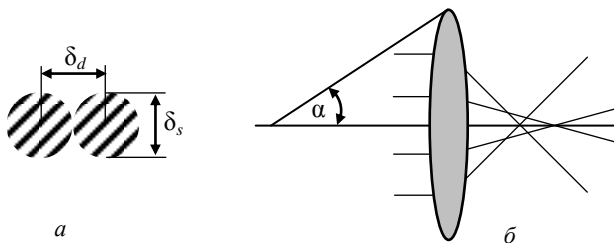
циентах сферической aberrации  $C_s = 3,3$  и  $1,5$  мм. Результаты представить в виде таблицы. Сделать заключение о зависимости  $\alpha_{opt}$  и  $\delta$  от  $U$ .

### Решение

Предельное разрешение электронного микроскопа  $\delta$  есть минимальное расстояние между двумя точками объекта, которые еще можно видеть раздельно на электронно-микроскопическом изображении. Предельное разрешение определяется как дифракционным пределом разрешения  $\delta_d$ , так и абберационным пределом разрешения  $\delta_s$ .

В соответствии с критерием Релея на рисунке, *a* дифракционный предел разрешения  $\delta_d = \frac{0,61\lambda}{n \sin \alpha}$ , где  $\lambda$  – длина волны электронов,  $\alpha$  – апертура линзы,  $n$  – показатель преломления среды, в которую помещен объект. Поскольку в вакууме  $n = 1$ , и  $\sin \alpha \approx \alpha$  при малых  $\alpha$ , получаем:

$$\delta_d = \frac{0,61\lambda}{\alpha}. \quad (2.3)$$



Наличие абберационного предела разрешения  $\delta_s$  обусловлено тем обстоятельством, что более удаленные от оптической оси электроны (рисунок, *б*) фокусируются ближе к линзе (явление сферической aberrации). В результате в фокальной плоскости линзы пучок электронов собирается в пятно, диаметр которого  $\delta_s$  можно оценить по формуле:

$$\delta_s = C_s \alpha^3, \quad (2.4)$$

где  $C_s$  – коэффициент сферической aberrации линзы.

Согласно (2.3), с увеличением апертурного угла дифракционный предел разрешения уменьшается  $\sim \alpha^{-1}$ , а абберационный предел разрешения увеличивается  $\sim \alpha^3$ . Таким образом, предельное разрешение электронного микроскопа лимитируется максимальной из двух величин  $\delta_d$  и  $\delta_s$ . Поэтому оптимальное разрешение имеет место при  $\delta_d = \delta_s$  (рисунок, а):

$$\frac{0,61\lambda}{\alpha} = C_s \alpha_{opt}^3.$$

Из этого соотношения определим оптимальное значение апертуры объективной линзы:

$$\alpha_{opt} = \sqrt[4]{\frac{0,61\lambda}{C_s}}. \quad (2.5)$$

После подстановки выражения (2.5) в (2.4) определим предельное разрешение электронного микроскопа  $\delta$ :

$$d = \sqrt[4]{0,61 C_s \lambda^3} \approx \sqrt[4]{C_s \lambda^3}. \quad (2.6)$$

Численные значения длины волны электронов  $\lambda$  при различных значениях ускоряющего напряжения  $U$  с учетом релятивистских эффектов вычисляются по формуле (лаб. 1, 1.2). Они приведены в таблице задачи 2.1. Подставив эти величины в формулы (2.5) и (2.6), получим значения оптимальной апертуры объективной линзы  $\alpha_{opt}$  и предельное разрешение электронного микроскопа  $\delta$  соответственно. Результаты вычислений оформим в виде таблицы.

Величины оптимальной апертуры  $\alpha_{opt}$  и предельного разрешения  $\delta$  при разных значениях ускоряющего напряжения  $U$  и коэффициент сферической абберации линзы  $C_s$  приведены в таблице.

$U$ , кВ	$\lambda$ , нм	$C_s = 3,3$ мм		$C_s = 1,5$ мм	
		$\alpha_{opt}$ , рад	$\delta$ , нм	$\alpha_{opt}$ , рад	$\delta$ , нм
25	0,00767	0,0056	1,10	0,0075	0,91
50	0,0054	0,0056	0,85	0,0068	0,70
75	0,0043	0,0053	0,72	0,0065	0,59

100	0,0037	0,0051	0,64	0,0062	0,53
125	0,0033	0,0050	0,59	0,0061	0,48

Анализ данных, приведенных в таблице, показывает, что с увеличением ускоряющего напряжения электронной пушки  $U$  величины оптимальной апертуры  $\alpha_{opt}$  и предельного разрешения  $\delta$  монотонно уменьшаются. При уменьшении коэффициент сферической аберрации линзы  $C_s$  возрастает  $\alpha_{opt}$  и уменьшается  $\delta$ .

### Задача 2.7

Определить показатель преломления кристалла  $n$  для электронов при ускоряющем напряжении электронной пушки  $U = 50$  кВ. Внутренний потенциал кристалла  $V_0$  постоянен и равен 20 В.

#### Решение

Показатель преломления кристалла определяется выражением

$$n = \frac{\lambda_0}{\lambda_v} = \frac{k_v}{k_0}, \quad (2.7)$$

где  $\lambda_0$  и  $\lambda_v$  есть соответственно длины волн электрона в вакууме и в кристалле с внутренним потенциалом  $V_0$ . Им соответствуют волновые числа  $k_0 = \frac{1}{\lambda_0}$  и  $k_v = \frac{1}{\lambda_v}$ .

При нерелятивистских скоростях волновая функция  $\psi$  электрона удовлетворяет уравнению Шредингера для стационарных состояний:

$$\frac{h^2}{8\pi^2 m_0} \frac{d^2 \psi}{dx^2} + (eU + eV_0) \psi = 0, \quad (2.8)$$

где  $h$  – постоянная Планка,  $m_0$  – масса покоя электрона;  $eU$  – полная энергия электрона,  $eV_0$  – потенциальная энергия электрона. Поскольку потенциал  $V_0$  постоянен, то уравнение (2.8) имеет решения, представляющие собой плоские волны типа

$$\psi = A \exp(2\pi i k x), \quad (2.9)$$

распространяющиеся в направлении оси  $x$ . После подстановки (2.9) в (2.8) получим выражение для волнового числа  $k$ :

$$k = k_v = \frac{1}{h} \sqrt{2m_0 e(U + V_0)}. \quad (2.10)$$

В области, где внутренний потенциал равен нулю (вакуум), согласно (2.10),

$$k = k_0 = \frac{1}{h} \sqrt{2m_0 eU}. \quad (2.11)$$

После подстановки (2.10) и (2.11) в (2.7) получим выражение для показателя преломления  $n$ :

$$n = \frac{k_v}{k_0} = \frac{\frac{1}{h} \sqrt{2m_0 e(U + V_0)}}{\frac{1}{h} \sqrt{2m_0 eU}} = \sqrt{1 + \frac{V_0}{U}}. \quad (2.12)$$

Вычисления показывают, что  $n$  немного больше единицы:

$$n = \sqrt{1 + \frac{V_0}{U}} = \sqrt{1 + \frac{20}{50000}} \approx 1,0002.$$

### Задача 2.8

Дать численную оценку величине структурного фактора  $F_{hkl}$  при рассеянии электронов на элементарных ячейках кристаллов Al и Au. Вычисления провести для отражающих плоскостей с индексами Миллера 111, 200, 220 и 311. Результат оформить в виде таблицы.

### Решение

Структурный фактор  $F_{hkl}$  – комплексная в общем случае величина, характеризующая зависимость амплитуды рассеяния электронов от числа и расположения атомов в элементарной ячейке кристалла. Для некоторых узлов обратной решетки  $F_{hkl} = 0$  и, следовательно, брэгговское отражение не происходит. В координатах обратной решетки

$$F_{hkl} = \sum_j f_j(\theta) \exp \left[ -2\pi i (hu_j + kv_j + lw_j) \right], \quad (2.13)$$

где  $u_j, v_j, w_j$  – дробные координаты атома с номером  $j$  а  $f_j(\theta)$  – амплитуда рассеяния  $j$ -го атома на угол  $\theta$ .

Кристаллы Al и Au имеют гранецентрированную кубическую (ГЦК) решетку с центром симметрии. Поэтому синусоидальные члены в (2.13) можно сократить, а амплитуду рассеяния  $f(\theta)$  вынести за знак суммирования:

$$F_{hkl} = f(\theta) \sum_j \cos 2\pi i (hu_j + kv_j + lw_j). \quad (2.14)$$

В ячейке ГЦК дробные координаты узлов решетки  $[[u_j \ v_j \ w_j]]$  принимают значения  $[[000]]$ ,  $[[\frac{1}{2}\frac{1}{2}0]]$ ,  $[[0\frac{1}{2}\frac{1}{2}]]$ ,  $[[\frac{1}{2}0\frac{1}{2}]]$ , а индекс  $j$  меняется от 1 до 4. Выполнив в (2.14) соответствующие подстановки, получим:

$$F_{hkl} = f(\theta) [1 + \cos \pi(h+k) + \cos \pi(k+l) + \cos \pi(h+l)]. \quad (2.15)$$

Анализ выражения (2.15) показывает, что если индексы  $h, k, l$  имеют разную четность, то  $F_{hkl} = 0$  и, следовательно, брэгговское отражение отсутствует. Брэгговские отражения присутствуют, если индексы  $h, k, l$  имеют одинаковую четность (либо все четные, либо нечетные), поскольку в этом случае  $F_{hkl} = 4f(\theta)$ . Согласно закону Брэгга, для сильного отражения выполняется соотношение  $\frac{\sin \theta}{\lambda} = \frac{1}{2d_{hkl}}$ . Воспользовав-

шись известными данными о межплоскостных расстояниях  $d_{hkl}$  для Al и Au, а также табулированными значениями  $f(\theta)$  в зависимости от  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$  (приведенные в [1]), определим структурные амплитуды  $F_{hkl} = 4f(\theta)$ . Полученные данные сведем в таблицу.

Величины атомных амплитуд рассеяния  $f(\theta)$  и структурных факторов  $F_{hkl}$  при разных значениях индексов Миллера отражающих плоскостей  $hkl$  алюминия и золота приведены в таблице.

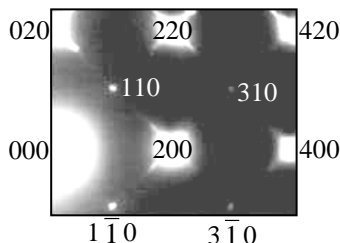
$hkl$	Al ( $Z = 13$ )				Au ( $Z = 79$ )			
	$d_{hkl}$ (Å)	$\frac{\sin \theta}{\lambda}$ (Å <sup>-1</sup> )	$f(\theta)$ (Å)	$F_{hkl}$ (Å)	$d_{hkl}$ (Å)	$\frac{\sin \theta}{\lambda}$ (Å <sup>-1</sup> )	$f(\theta)$ (Å)	$F_{hkl}$ (Å)

111	2,338	0,21	2,30	9,20	2,355	0,21	7,92	31,68
200	2,024	0,25	1,73	6,92	2,039	0,26	6,60	26,40
220	1,431	0,35	1,11	4,44	1,442	0,35	4,78	19,12
311	1,221	0,41	0,93	3,72	1,230	0,41	4,14	16,56

Анализ данных, приведенных в таблице, показывает, что с увеличением атомного номера  $Z$  элемента и с уменьшением суммы квадратов индексов  $h^2 + k^2 + l^2$  величина структурного фактора  $F_{hkl}$  возрастает.

### Задача 2.9

На рисунке приведена электронограмма, полученная при дифракции электронов на тонком кристалле золота ( $\sim 4$  нм). Пояснить присутствие на электронограмме отражений разной четности (110, 310 и др.), которые запрещены структурным фактором  $F_{hkl}$  для кристаллов с решеткой ГЦК. Считать, что в направлении  $[001]$  содержится нечетное число монослоев Au.



### Решение

Элементарная ячейка ГЦК кристалла Au в направлении  $[001]$  содержит два монослоя. Поэтому, если число монослоев по  $[001]$  является четным, то в этом направлении кристалл содержит целое число элементарных ячеек, а если нечетным, то число элементарных ячеек является полуцелым. Имеется один «лишний» монослой атомов золота, который расположен на поверхности кристалла. Дробные координаты этих атомов  $[[u_j \ v_j \ w_j]]$  принимают значения  $[[000]]$  и  $[[\frac{1}{2}\frac{1}{2}0]]$ , а индекс  $j$  меняется от 1 до 2.

В этом случае структурный фактор  $F_{hk0}$  определяется выражением:

$$F_{hk0} = f(\theta) \sum_j \cos 2\pi i(hu_j + kv_j) = f(\theta) [1 + \cos \pi(h+k)].$$

Его анализ показывает, что если сумма индексов  $h+k$  является нечетной, то  $F_{hk0} = 0$  и, следовательно, соответствующее отражение отсутствует.



Если сумма индексов  $h + k$  является четной, то  $F_{hko} = 2f(\theta)$  и, следовательно, структурным фактором «разрешены».

Для присутствующих на электронограмме отражений  $1\bar{1}0$ ,  $110$ ,  $3\bar{1}0$  и  $310$  сумма индексов  $h + k$  является четной.

### Задача 2.10

Оценить величину экстинкционной длины  $\xi_g$  при рассеянии электронов с длиной волны  $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$  на плоскостях  $111$ ,  $200$ ,  $220$  и  $311$  кристаллов Al и Au. Использовать результаты задачи 2.8. Полученные данные оформить в виде таблицы. Проанализировать зависимость  $\xi_g$  от атомного номера  $Z$  и от суммы квадратов индексов отражающих плоскостей  $h^2 + k^2 + l^2$ .

### Решение

Экстинкционная длина  $\xi_g$  – это расстояние, на котором полностью происходит однократная дифракция электронов в кристалле на данной системе отражающих плоскостей. Она определяется толщиной кристалла, при которой интенсивность дифрагированной электронной волны изменяется от максимального значения до нуля. Для ее расчета в кинематическом приближении воспользуемся соотношением:

$$\xi_g = \frac{\pi V_c \cos \theta}{\lambda F_{hkl}}, \quad (2.16)$$

где  $\theta$  – половина угла рассеяния электронов,  $V_c$  – объем элементарной ячейки кристалла,  $F_{hkl}$  – структурный фактор для отражающих плоскостей с индексами Миллера  $hkl$ .

Объем элементарной ячейки определяется смешанным произведением единичных векторов трансляции кристалла  $V_c = (\mathbf{a}[\mathbf{bxc}])$ . Поскольку для алюминия и золота  $\mathbf{a} = \mathbf{b} = \mathbf{c}$ , то  $V_c = a^3$ . Для алюминия  $V_c = (4,0494 \text{ \AA})^3 = 66,40 \text{ \AA}^3$ , а для золота  $V_c = (4,0786 \text{ \AA})^3 = 67,85 \text{ \AA}^3$ .

Согласно закону Брегга, для сильного отражения выполняется соотношение  $\frac{\sin \theta}{\lambda} = \frac{1}{2d_{hkl}}$ . Откуда  $\cos \theta = \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda}{2d_{hkl}}\right)^2}$ . Воспользовавшись известными данными о межплоскостных расстояниях  $d_{hkl}$  для Al и Au, а также значениями структурного фактора  $F_{hkl}$ , приведенными в таблице задачи 2.8, определим по формуле (2.16) экстинкционные длины  $\xi_g$ . Полученные данные сведем в таблицу.

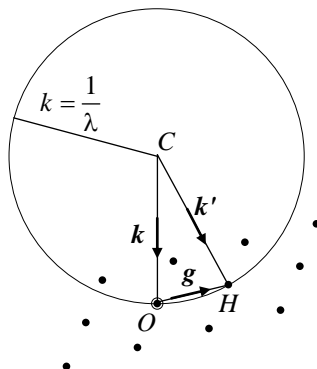
Анализ данных, приведенных в таблице, показывает, что с увеличением атомного номера  $Z$  элемента и с уменьшением суммы квадратов индексов  $h^2 + k^2 + l^2$  величина экстинкционной длины  $\xi_g$  уменьшается.

Величины структурных факторов  $F_{hkl}$  и экстинкционных длин  $\xi_g$  для электронов с длиной волны  $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$  для ряда отражающих плоскостей  $hkl$  алюминия и золота

$hkl$	Al ( $Z = 13$ )				Au ( $Z = 79$ )			
	$d_{hkl}$ ( $\text{\AA}$ )	$\cos \theta$	$F_{hkl}$ ( $\text{\AA}$ )	$\xi_g$ ( $\text{\AA}$ )	$d_{hkl}$ ( $\text{\AA}$ )	$\cos \theta$	$F_{hkl}$ ( $\text{\AA}$ )	$\xi_g$ ( $\text{\AA}$ )
111	2,338	0,99997	9,20	613	2,355	0,99997	31,68	182
200	2,024	0,99996	6,92	815	2,039	0,99996	26,40	218
220	1,431	0,99992	4,44	1270	1,442	0,99992	19,12	301
311	1,221	0,99989	3,72	1515	1,230	0,99989	16,56	348

### Задача 2.11

Как строится сфера отражения (сфера Эвальда)? Определить радиус  $k$  сферы отражения электронов при ускоряющих напряжениях электронной пушки  $U = 25, 50, 75, 100$  и  $125$  кВ. Использовать результаты задачи 2.1. Полученные данные оформить в виде таблицы. Как зависит величина  $k$  от ускоряющего напряжения  $U$ ?



### Решение

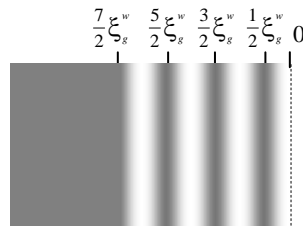
Из центра  $O$ , совпадающего с одним из узлов обратной решетки, проведем вектор  $-\mathbf{k}$ . Из точки  $C$ , совпадающей с концом вектора  $\mathbf{k}$ , построим сферу радиусом  $k = \frac{1}{\lambda}$ . Это и есть сфера отражения (сфера Эвальда). Каждая точка на сфере Эвальда является концом вектора  $\mathbf{k}'$  возможной рассеянной волны. Если вектор  $\mathbf{OH} = \mathbf{k}' - \mathbf{k}$  совпадает с вектором обратной решетки  $\mathbf{g}$ , то будет иметь место сильное брэгговское отражение.

Значения длин волн  $\lambda$  электронов для ряда ускоряющих напряжений электронной пушки  $U$  приведены в таблице задачи 2.1. Величины, обратные  $\lambda$ , являются радиусами  $k$  сфер отражения. Результаты вычислений оформим в виде таблицы. Согласно данным таблицы, величина  $k$  с ростом ускоряющего напряжения  $U$  увеличивается.

$U$ , кВ	25	50	75	100	125
$\lambda$ , нм	0,00767	0,0054	0,0043	0,0037	0,0033
$k = \frac{1}{\lambda}$ (нм <sup>-1</sup> )	130,38	185,19	232,56	270,27	303,03

### Задача 2.12

Дана модель светлопольного электронно-микроскопического изображения клиновидного кристалла Au, содержащая толщинные экстинкционные контуры. Для действующего отражения  $\bar{1}11$  экстинкционная длина  $\xi_g = 159$  Å. Определить толщину кристалла  $t$  для двух случаев: а) дифракционная ошибка  $s = 0$  (кристалл Au



находится в точном брэгговском положении); б) дифракционная ошибка  $s = 0,005 \text{ \AA}^{-1}$  (кристалл Au не находится в точном брэгговском положении).

### Решение

На светлопольных изображениях толщинных экстинкционных контуров темные полосы соответствуют таким толщинам  $t$  кристалла, для которых выполняется отношение  $\frac{t}{\xi_g^w} = \frac{1}{2}, \frac{3}{2}, \frac{5}{2}, \frac{7}{2}$  и т. д. Здесь  $\xi_g^w$

есть эффективная экстинкционная длина, равная

$$\xi_g^w = \frac{\xi_g}{\sqrt{1+w^2}},$$

$w = s \cdot \xi_g$  Темные полосы и соответствующие им толщины кристалла, выраженные в долях  $\xi_g^w$ , показаны на рисунке.

а. Кристалл Au находится в точном брэгговском положении. В этом случае дифракционная ошибка  $s = 0$  и эффективная экстинкционная длина  $\xi_g^w$  равна действительной экстинкционной длине  $\xi_g = 159 \text{ \AA}$ . Следовательно, согласно рисунку, толщина кристалла  $t$  равна числу темных полос  $n + 1/2$ , умноженному на величину действительной экстинкционной длины  $\xi_g$ :

$$t = (n + 1/2) \cdot \xi_g = (3 + 1/2) \cdot 159 \text{ \AA} = 556,5 \text{ \AA}.$$

б. Кристалл Au не находится в точном брэгговском положении. В этом случае дифракционная ошибка  $s = 0,005 \text{ \AA}^{-1}$  и эффективная экстинкционная длина  $\xi_g^w$  равна:

$$\xi_g^w = \frac{\xi_g}{\sqrt{1+w^2}} = \frac{159}{\sqrt{1+(0,005 \cdot 159)^2}} \text{ \AA} = 124,5 \text{ \AA}.$$

Толщина кристалла равна:

$$t = (n + 1/2) \xi_g^w = (3 + 1/2) \cdot 124,5 \text{ \AA} \approx 346 \text{ \AA}.$$

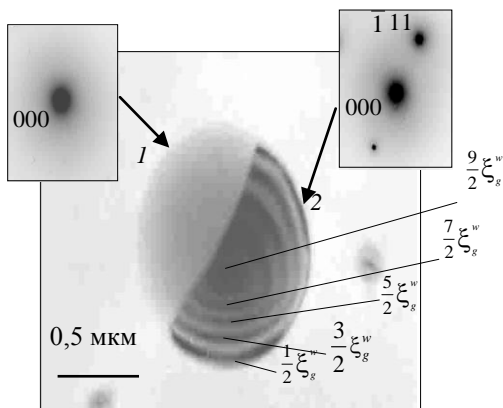
### Задача 2.13

На рисунке приведена светлопольная электронно-микроскопическая фотография микрокапли алюминия на пленке-подложке из аморфного  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Микрокапля является бикристаллом, поскольку состоит из двух зерен – зерна 1 и зерна 2. От каждого из зерен на рисунке приведена картина микродифракции. На изображении зерна 1 контраст отсутствует. На изображении зерна 2 видны контрастные полосы, являющиеся толщинными экстинкционными контурами.

Задание. а. Пояснить отсутствие контраста на изображении зерна 1. б. Определить отношение высоты микрокапли  $t$  к ее диаметру  $D$ . Считать, что зерно 2 находится в точном брэгговском положении. Для действующего отражения  $\bar{1}11$  экстинкционная длина  $\xi_g = 556 \text{ \AA}$ .

шение

а.  
Отсутствие контраста на изображении зерна 1 связано с этим зерном



Ре-

Отсут-  
ства на  
нии зерна  
тем, что  
не нахо-

дится в отражающем положении. Следовательно, нет дифрагированного пучка электронов. Об этом свидетельствует картина микродифракции, расположенная в левой верхней части рисунка.

б. На изображении зерна 2 видны толщинные экстинкционные контуры, поскольку толщина зерна меняется и оно находится в отража-

ющем положении. Согласно картине микродифракции, действующим отражением является отражение  $\bar{1}11$ . В этом случае дифракционная ошибка  $s \approx 0$  и эффективная экстинкционная длина  $\xi_g^w$  равна действительной экстинкционной длине  $\xi_g = 556 \text{ \AA}$ . Следовательно, толщину кристалла  $t$  можно определить как  $(n + 1/2) \cdot \xi_g$ , где  $n$  равно числу темных полос на изображении кристалла:

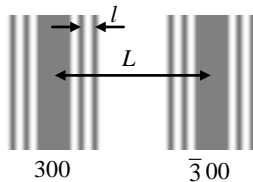
$$t = (n + 1/2) \cdot \xi_g = (4 + 1/2) \cdot 556 \text{ \AA} = 2502 \text{ \AA} \approx 0,25 \text{ мкм}.$$

По величине масштабного отрезка, приведенного на фотографии, определим величину диаметра микрокапли  $D \approx 1,1 \text{ мкм}$ . Искомое отношение высоты микрокапли к диаметру ее основания равно:

$$\frac{t}{D} = \frac{0,25 \text{ мкм}}{1,1 \text{ мкм}} \approx 0,23.$$

#### Задача 2.14

Дана модель светлопольного электронно-микроскопического изображения участка цилиндрически изогнутого кристалла  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  с изгибными экстинкционными контурами. Левому контуру приписан индекс 300. Соответственно правому –  $\bar{3}00$ .



Вблизи каждого контура наблюдаются интерференционные изображения более высоких порядков. Определить толщину кристалла  $t$ . Длина волны электронов  $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$  (для ускоряющего напряжения  $U = 100 \text{ кВ}$ ). Межплоскостное расстояние  $d_{300} = 1,431 \text{ \AA}$ .

#### Решение

Толщину  $t$  кристалла можно определить, используя отношение:

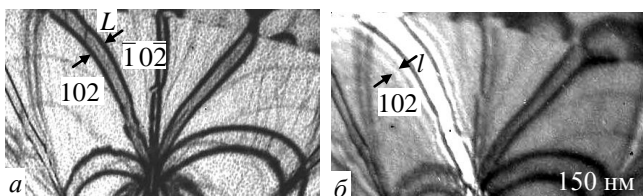
$$t = \frac{d_{300}^2 L}{\lambda l},$$

где  $L$  – расстояние между изгибными контурами  $300$  и  $\bar{3}00$ , а  $l$  – расстояние между побочными максимумами на изображении каждого контура (рисунок). Измеренное на рисунке отношение  $\frac{L}{l} = 11,33$ . Следовательно,

$$\text{но, } t = \frac{(1,431)^2 11,33}{0,037} \text{ \AA} \approx 630 \text{ \AA}.$$

### Задача 2.15

На светлопольном электронно-микроскопическом изображении  $a$  кристалла  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  присутствует пара изгибных экстинкционных контуров  $102$  и  $\bar{1}0\bar{2}$ , между которыми расстояние  $L$ . На темнопольном электронно-микроскопическом изображении  $b$ , выполненном в свете отражения  $102$ , виден изгибный экстинкционный контур с интерференционными полосами по его краям. Расстояние между полосами  $l$ . Определить толщину кристалла  $t$ . Длина волны электронов  $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$  (для ускоряющего напряжения  $U = 100 \text{ кВ}$ ). Межплоскостное расстояние  $d_{102} = 3,627 \text{ \AA}$ .



### Решение

Зная масштаб изображения, определим расстояние между контурами  $L = 62 \text{ нм}$  и расстояние между интерференционными полосами  $l = 25 \text{ нм}$ . Толщину  $t$  кристалла вычислим согласно соотношению:

$$t = \frac{d_{102}^2 L}{\lambda l} = \frac{(3,627)^2 \cdot 62}{0,037 \cdot 25} \text{ \AA} \approx 880 \text{ \AA}$$

### Задача 2.16

Картину микродифракции и светлопольное электронно-микроскопическое изображение 1, б кристалла, растущего в аморфной матрице  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , показана на рисунке 1, а. На изображении присутствует пара изгибных экстинкционных контуров, расстояние между которыми равно  $L$ . Анализ темнопольных изображений кристалла показал, что контуры связаны с отражениями 030 (левый контур) и  $0\bar{3}0$  (правый контур). Длина волны электронов  $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$  (для ускоряющего напряжения  $U = 100 \text{ кВ}$ ). Межплоскостное расстояние  $d_{030} = 1,431 \text{ \AA}$ .

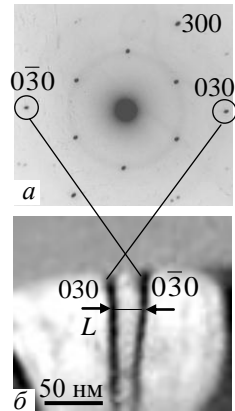


Рис. 1

Задание. а. Считать, что присутствие на изображении пары изгибных экстинкционных контуров обусловлено цилиндрическим изгибом кристалла. Сделать заключение о характере изгиба кристалла, т.е. выяснить, принимает ли он при изгибе выпуклую или вогнутую форму. Определить величину угла поворота  $\phi$  отражающих плоскостей при переходе от левого контура к правому. Вычислить удельный поворот  $\beta$  этих плоскостей. Найти радиус  $R$  изгиба кристалла.

б. Считать, что кристалл является плоским, а присутствие на изображении пары экстинкционных контуров обусловлено изгибом кристаллической решетки  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Начертить схему формирования экстинкционных контуров для этого случая.

### Решение

а. В случае выпуклой формы сечение кристалла, перпендикулярное паре контуров, должно иметь вид, подобный приведенному на рисунке 2, а. В случае вогнутой формы – подобный приведенному на ри-



сунке 2, б. Совместное рассмотрение электронограммы (рис. 1, а) и микрофотографии (рис. 1, б) показывает, что сечение кристалла должно иметь вид, как на рисунке 2, а, поскольку в этом случае пучки электронов с дифракционными векторами  $g_{030}$  и  $g_{0\bar{3}0}$  сходятся.

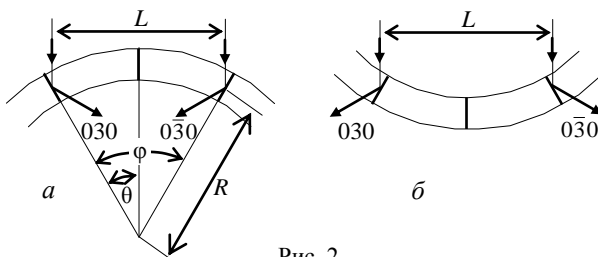


Рис. 2

Величина угла поворота  $\varphi$  отражающих плоскостей при переходе от левого контура к правому равна удвоенному брэгговскому углу  $\theta$ :

$$\theta = \arcsin\left(\frac{\lambda}{2d_{030}}\right) = \arcsin\left(\frac{0,037}{2 \cdot 1,431}\right) \approx 0,74^\circ,$$

$$\varphi = 2\theta \approx 1,48^\circ.$$

Удельный угол поворота отражающих плоскостей  $\beta$  есть поворот, приходящийся на единицу длины кристалла, т.е.  $\beta = \varphi/L$ . По величине масштабного отрезка, приведенного на рисунке б, вычислим  $L \approx 25$  нм. Следовательно:

$$\beta = \frac{\varphi}{L} = \frac{1,48^\circ}{25} \approx 0,06^\circ.$$

Радиус изгиба кристалла  $R$ , согласно рис. 2.12, а, равен:

$$R \approx \frac{L}{2\sin\theta} = \frac{25}{2\sin 0,74^\circ} \approx 970 \text{ нм}.$$

б. В случае плоской формы кристалла сечение, перпендикулярное паре контуров, должно иметь вид, подобный приведенному на рис. 3. Кристаллическая решетка является

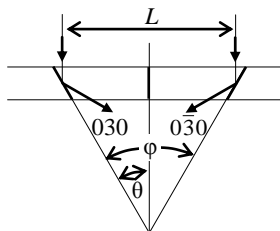


Рис. 3

внутренне изогнутой. Такие кристаллы называются «транслационными» и могут формироваться при кристаллизации аморфных пленок [2, 3].

### Задача 2.17

Модель картины микродифракции и светопольного электронно-микроскопического изображения 1,  $\bar{b}$  участка изогнутой монокристаллической фольги Al с изгибными экстинкционными контурами, изображено на рисунке 1, *a*. Рефлексы на картине микродифракции связаны с экстинкционными контурами, отмеченными теми же индексами Миллера.

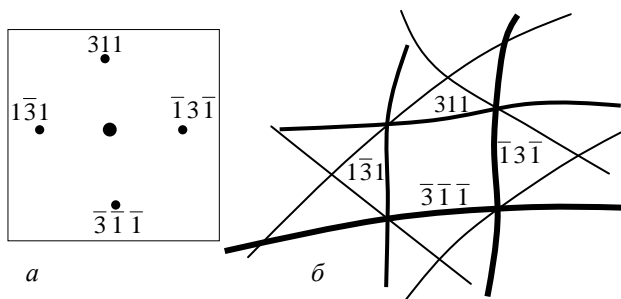


Рис. 1

Задание. Определить ориентировку фольги. Выяснить, принимает ли фольга при изгибе форму блюдца, рис. 2, *a*, седла, рис. 2, *б*, или купола, рис. 2, *в*.

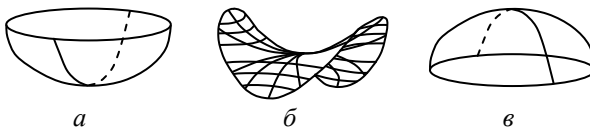


Рис. 2

## Решение

Определение ориентировки фольги заключается в определении индексов оси зоны  $[u \ v \ w]$ , т.е. индексов нормали к плоскости фольги в центре зонно-осевой картины. Воспользуемся простым приемом вычисления индексов направления оси зоны, являющейся линией пересечения двух плоскостей с индексами  $(h_1 k_1 l_1)$  и  $(h_2 k_2 l_2)$ . На электронограмме выберем дифракционные векторы  $g_1$  и  $g_2$  так, чтобы получить ось зоны, направленной от центрального рефлекса к исследователю (т.е. антипараллельно направлению движения электронного луча). В этом случае второй из перемножаемых векторов должен быть повернут относительно первого на угол менее  $180^\circ$  против часовой стрелки. Этому условию удовлетворяют, например, индексы плоскостей  $311$  и  $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$ . Запишем их дважды в двух строках:

$$\begin{array}{c|c|c} 3 & 1 & 1 \\ 1 & -3 & -1 \end{array} \begin{array}{c} \nearrow \\ \searrow \\ \nearrow \\ \searrow \end{array} \begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{array} \begin{array}{c} \nearrow \\ \searrow \\ \nearrow \\ \searrow \end{array} \begin{array}{c} 3 \\ 3 \\ 3 \\ 3 \end{array} \begin{array}{c} \nearrow \\ \searrow \\ \nearrow \\ \searrow \end{array} \begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{array} \begin{array}{c} \nearrow \\ \searrow \\ \nearrow \\ \searrow \end{array} \begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 1 \\ 1 \end{array}$$

Далее отбросим крайние цифры слева и справа. Искомые индексы оси зоны  $[2\bar{1}\bar{5}]$ , получим как разности перекрестных произведений, указанных стрелками.

При совместном рассмотрении картины микродифракции (рис. 1, а) и светлопольного электронно-микроскопического изображения (рис. 1, б) становится ясно, что сечение фольги, перпендикулярное как паре контуров  $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$  и  $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$ , так и паре  $311$  и  $\bar{3}\bar{1}\bar{1}$ , имеет вид, подобный приведенному на рис. 2, а в задаче 2.16. Следовательно, фольга изогнута в виде блюдца (рис. 2, а).

Если на картине микродифракции поменять местами отражения  $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$  и  $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$ , то фольга будет иметь форму седла (рис. 2, б). Аналогичная ситуация будет иметь место при перемене мест отражений  $311$  и  $\bar{3}\bar{1}\bar{1}$ .

Если одновременно поменять местами отражения  $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$  и  $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$ , а также отражения  $311$  и  $\bar{3}\bar{1}\bar{1}$ , то фольга будет иметь форму купола.

### Задача 2.18

Дано модельное электронно-микроскопическое изображение (рис. 1, *а*) и картина микродифракции (рис. 1, *б*) от участка фольги  $\alpha$ -Fe, содержащего изгибный экстинкционный контур. Определить величину дифракционной ошибки  $s$  в точке  $A$ , находящейся вблизи контура с индексами 211. Для перемещения контура в положение, при котором он проходит через точку  $A$ , образец повернули на угол  $\Delta\beta = 0,67^\circ = 0,012$  радиан вокруг оси  $oo'$ , образующей угол  $\alpha = 30^\circ$  с вектором  $\mathbf{g} = 211$ . Для  $\alpha$ -Fe постоянная ОЦК решетки  $a_0 = 2,86 \text{ \AA}$ .

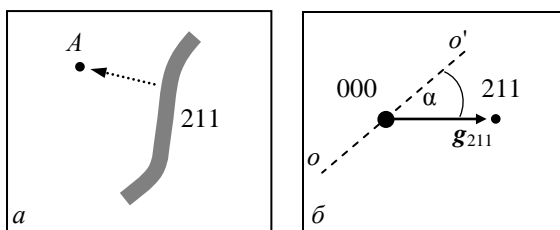


Рис. 1

### Решение

Вдоль изгибного экстинкционного контура величина дифракционной ошибки  $s = 0$ . Следовательно, сфера Эвальда пересекает узел 211 обратной решетки так, как показано на рис. 2, *а*. При этом в точке  $A$  дифракционная ошибка  $s \neq 0$ . Если узел обратной решетки находится вне сферы Эвальда (рис. 2, *б*), то  $s < 0$ . Если внутри сферы Эвальда (рис. 2, *в*), то  $s > 0$ .

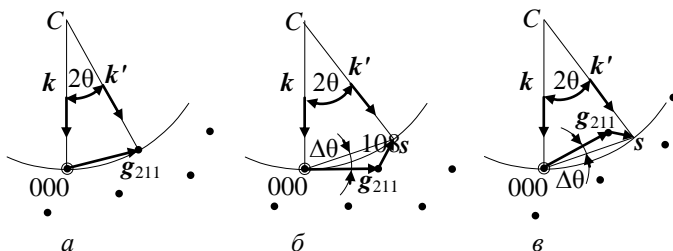


Рис. 2

Угол поворота  $\Delta\theta$  отражающих плоскостей 211 до точного брэгговского положения равен:

$$\Delta\theta = \Delta\beta \cdot \sin\alpha.$$

При малом угле поворота  $\Delta\theta$ , согласно рис. 2, б,

$$s \approx |\mathbf{g}_{211}| \cdot \Delta\theta = (d_{211})^{-1} \Delta\beta \cdot \sin\alpha,$$

где межплоскостное расстояние

$$d_{211} = \frac{a_0}{\sqrt{2^2 + 1^2 + 1^2}} = \frac{2,86}{\sqrt{6}} \text{ \AA} = 1,17 \text{ \AA}.$$

Следовательно,

$$s \approx (1,17)^{-1} \cdot 0,012 \cdot \sin 30^\circ = 0,005 \text{ \AA}^{-1}.$$

Если при наклоне образца конец вектора  $\mathbf{g}_{211}$  смещался к центру сферы Эвальда (навстречу электронному лучу), то  $s < 0$ . Если конец вектора  $\mathbf{g}_{211}$  смещался от центра сферы Эвальда (от электронного луча), то  $s > 0$ .

### Задача 2.19

Даны модельные изображения (рис. 1) картин микродифракции, содержащих линии Кикучи от участков фольги  $\alpha$ -Fe, находящихся в не точном брэгговском положении: Т – темная линия Кикучи. С – светлая линия Кикучи. Определить величину и знак параметра отклонения  $s$  для рефлекса 211 на рис. 1, а и на рис 1, б. Межплоскостное расстояние  $d_{211}$  для  $\alpha$ -Fe равно 1,17  $\text{\AA}$ . Длина волны электронов  $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$ .

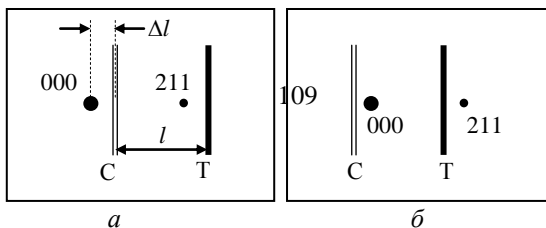


Рис. 1

### Решение

Если плоскости 211 находятся в точном брэгговском положении, то  $s = 0$  и светлая кикучи-линия (на негативном изображении она темная) проходит через рефлекс 211. Темная кикучи-линия (на негативном изображении она светлая) проходит через след прямого пучка 000 (рис. 2). Расстояние между этими линиями  $l$  равно расстоянию от центрального рефлекса 000 до рефлекса 211 (т.е. равно абсолютному значению радиуса-вектора  $r_{211}$ ).

Если плоскости 211 отклонены от брэгговского положения на угол  $\Delta\theta$ , то пара кикучи-линий смещается на  $\Delta l$  (рис. 1, а):

$$\Delta l \approx L \Delta\theta,$$

где  $L$  – эффективное расстояние от объекта до фотопластинки (эффективная длина дифракционной камеры). При малых  $\theta$  отклонение узла 211 обратной решетки от сферы отражения

$$s \approx |g_{211}| \cdot \Delta\theta = \frac{\Delta l}{d_{211} L}.$$

Поскольку  $r_{211} \cdot d_{211} = L \cdot \lambda$ , то  $L = \frac{r_{211} d_{211}}{\lambda} = \frac{l \cdot d_{211}}{\lambda}$ . Следовательно,

$$s \approx \frac{\lambda}{d_{211}^2} \cdot \left( \frac{\Delta l}{l} \right).$$

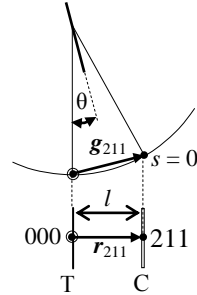


Рис. 2

Измерив (линейкой) расстояния  $\Delta l$  и  $l$  на рис. 1, определим, что  $\frac{\Delta l}{l} \approx 0,27$  на рис. 1, а и  $\frac{\Delta l}{l} \approx 0,23$  на рис. 1, б. Для электронограммы, приведенной на рис. 1, а, дифракционная ошибка равна:

$$s \approx \frac{\lambda}{d_{211}^2} \cdot \left( \frac{\Delta l}{l} \right) = \frac{0,037}{(1,17)^2} \cdot 0,27 \text{ \AA}^{-1} = 0,007 \text{ \AA}^{-1}.$$

Кикучи-линии смещены в направлении вектора  $g_{211}$ . Следовательно,  $s > 0$ .

Для электронограммы, приведенной на рис. 1, б, дифракционная ошибка равна:

$$s \approx \frac{\lambda}{d_{211}^2} \cdot \left( \frac{\Delta l}{l} \right) = \frac{0,037}{(1,17)^2} \cdot 0,23 \text{ \AA}^{-1} = 0,006 \text{ \AA}^{-1}.$$

Кикучи-линии смещены в направлении, противоположном вектору  $g_{211}$ . Следовательно,  $s < 0$ .

### Задача 2.20

Дано модельное изображение картины микродифракции (рис. 1, а) от участка фольги  $\alpha$ -Fe. Постоянная ОЦК решетки  $a_0$  для  $\alpha$ -Fe равна 2,86 Å. Ориентировка фольги такова, что картина дифракции электронов не является симметричной: интенсивность рефлексов  $1\bar{1}0$  и 002 значительно сильнее остальных. Это свидетельствует о несовпадении направления первичного пучка электронов с осью зоны, которой принадлежат все плоскости в кристалле, близкие к отражающему положению (рис. 1, б).

Задание. а. По картине микродифракции (рис. 1, а) определить индексы оси зоны (UVW). б. Определить величину угла  $\Delta\theta$  между осью зоны и направлением, противоположным направлению распространения электронного луча  $e^-$  (рис. 1, б). Длина волны электронов  $\lambda = 0,037$  Å.

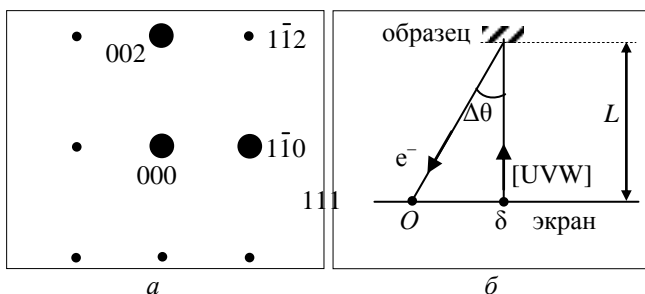


Рис. 1

### Решение

а. На электронограмме выберем два дифракционных вектора, например  $g_{1-10}$  и  $g_{002}$ . Запишем дважды в двух строках индексы Миллера плоскостей 1–10 и 002, которые перпендикулярны соответственно векторам  $g_{1-10}$  и  $g_{002}$ :

$$\begin{array}{c|ccc|c} 1 & -1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 2 & 0 & 2 \end{array}$$

Далее отбросим крайние цифры слева и справа. Индексы оси зоны получим, вычислив разности перекрестных произведений, указанных стрелками. После деления полученных чисел на их наибольший общий множитель, получим индексы оси зоны  $[110]$ .

б. Интенсивности противоположащих по разные стороны от центра рефлексов на электронограмме одинаковы в том случае, когда направление первичного пучка электронов и оси зоны точно антипараллельны. В этом случае след от первичного пучка электронов и след от оси зоны на электронограмме совпадают (точка  $O$  на рис. 2). Такая ориентировка кристалла относительно электронного луча называется симметричной. В случае несимметричной ориентировки след оси зоны на электронограмме не совпадает с центральным рефлексом 000 и находится в некоторой точке  $\delta$  (рис. 2).

Для нахождения точки  $\delta$  из середины отрезков, соединяющих след первичного пучка 000 (точка  $O$ ) с сильными рефлексами  $0\bar{1}1$  и  $002$ , восстановим

112

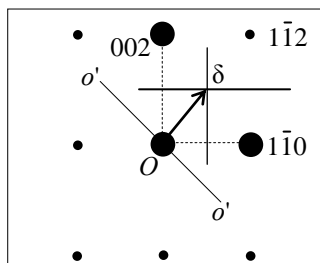


Рис. 2



перпендикулярны к этим отрезкам. Это будут следы отражающих плоскостей  $0\bar{1}1$  и  $002$  на электронограмме. Точка их пересечения  $\delta$  есть след оси зоны. Расстояние от образца до точки  $\delta$  равно эффективной длине дифракционной камеры  $L$ . Перевод кристалла в симметричную ориентировку осуществляется его поворотом на угол  $\Delta\theta$  вокруг оси  $o'o'$ , которая перпендикулярна направлению  $O\delta$ . При малых углах  $\Delta\theta \approx \frac{O\delta}{L}$  (рис. 1, б).

Длина дифракционной камеры  $L = \frac{R_{hkl} \cdot d_{hkl}}{\lambda}$ , где  $R_{hkl}$  есть расстояние меж-

ду рефлексами  $000$  и  $hkl$ . Межплоскостное расстояние  $d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$ .

Выражение для  $\Delta\theta$  принимает вид:

$$\Delta\theta \approx \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a_0} \left( \frac{O\delta}{R_{hkl}} \right).$$

Для численного расчета выбираем отражение  $002$ . Измерив (линейкой) расстояния  $R_{002}$  и  $O\delta$  на рис. 2, определим, что  $\frac{O\delta}{R_{002}} = 0,64$ .

Окончательно получаем:

$$\Delta\theta \approx \frac{0,037 \sqrt{0+0+2^2}}{2,86} (0,64) = 0,0166 = 0,95^\circ.$$

### Задача 2.21

Дана модельная картина микродифракции (рис. 1, а) от участка фольги  $\alpha$ -Fe, находящегося в неточном брэгговском положении. Для достижения максимальной интенсивности отражения  $211$  образец повернули на угол  $\Delta\beta = 0,67^\circ$  ( $0,012$  радиан) вокруг оси  $oo'$ , образующей угол  $\alpha = 30^\circ$  с вектором  $g = 211$  (рис. 1, б). При этом было достигнуто брэгговское положение кристалла. Определить абсолютное значение дифракционной ошибки  $s$  для рефлекса  $211$  на рис. 1, а. Постоянная ОЦК решетки  $a_0$  для  $\alpha$ -Fe равна  $2,86 \text{ \AA}$ .

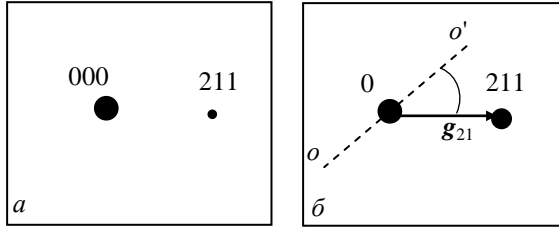


Рис. 1

### Решение

При неточном брэгговском положении узел обратной решетки лежит или вне ( $s < 0$ ), или внутри ( $s > 0$ , рис. 2) сферы отражения Эвальда. Точное брэгговское положение достигается после поворота кристалла на угол  $\Delta\theta$  вокруг оси, перпендикулярной плоскости рисунка 2 и проходящей через узел 000. Согласно рисунку, при малых углах  $\theta$  и  $\Delta\theta$  выполняется соотношение  $s \approx |g_{211}| \cdot \Delta\theta$ .

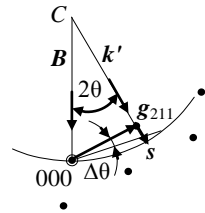


Рис. 2

Поскольку  $\Delta\theta = \Delta\beta \cdot \sin \alpha$ , а  $|g_{211}| =$

$$= \frac{1}{d_{211}} = \frac{\sqrt{2^2 + 1^2 + 1^2}}{a_0}, \text{ то}$$

$$s = \Delta\beta \cdot \sin \alpha \cdot \frac{\sqrt{2^2 + 1^2 + 1^2}}{a_0} = 0,012 \cdot \sin 30^\circ \cdot \frac{\sqrt{6}}{2,86} = 0,005 \text{ \AA}.$$

### Задача 2.22

а. Что называется глубиной резкости микроскопа? б. Определить глубину резкости электронного микроскопа, для которого разрешение (по точкам) составляет  $20 \text{ \AA}$ , а апертурный угол объективной линзы равен  $2 \cdot 10^{-3}$  рад.

### Решение

а. Глубиной резкости микроскопа называется интервал перемещений объекта  $h$  в направлении, перпендикулярном к плоскости объекта, в котором детали объекта отображаются достаточно резко.

б. Ввиду малости апертурного угла  $\alpha_{об}$  объективной линзы электронного микроскопа глубину резкости  $h$  можно оценить как отношение разрешения  $\delta$  к апертурному углу  $\alpha_{об}$ :

$$h = \frac{\delta}{\alpha_{об}} = \frac{20}{2 \cdot 10^{-3}} \text{ \AA} = 10\,000 \text{ \AA}.$$

### Задача 2.23

Дано электронно-микроскопическое изображение тонкого кристалла золота с дефектами упаковки (рис. 1). Дефекты упаковки расположены в кристалле наклонно и пересекают верхнюю и нижнюю его поверхности. Плоскость изображения совпадает с плоскостью кристалла (001). Дефекты упаковки залегают в плоскостях  $\{111\}$  Au. Определить толщину кристалла  $t$ .

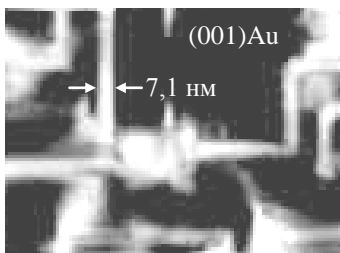


Рис. 1

### Решение

На рис. 2, а показано сечение кристалла Au, проведенное перпендикулярно плоскости дефекта упаковки. Ширина проекции дефекта упаковки на плоскость изображения  $w$  и толщина кристалла  $t$  связаны соотношением  $t = w \cdot \operatorname{tg} \varphi$ .

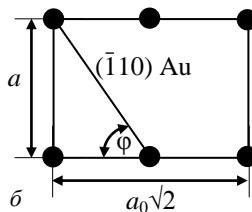
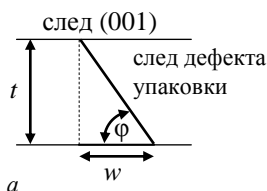


Рис. 2

Угол  $\varphi$  между плоскостью залегания дефекта упаковки (111) и поверхностью кристалла, совпадающей с плоскостью (001) Ац, определим, используя рис. 2, б.

На этом рисунке показано сечение элементарной ячейки золота плоскостью  $(\bar{1}10)$ . Нетрудно видеть, что  $\operatorname{tg} \varphi = \sqrt{2}$  ( $\varphi \approx 54,74^\circ$ ). Согласно рис. 1, ширина проекции дефекта упаковки  $w = 7,1$  нм. Следовательно,  $t = w \cdot \operatorname{tg} \varphi = 7,1 \sqrt{2} \text{ нм} \approx 10 \text{ нм}$ .

### Задача 2.24

Дано схематическое изображение сечения ферромагнитной пленки плоскостью рисунка (рис. 1). Пленка содержит смежные

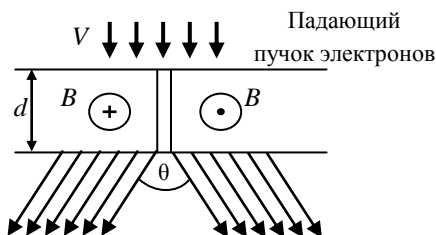


Рис. 1

180-градусные магнитные домены. Магнитная индукция  $B$  левого домена направлена перпендикулярно рисунку от наблюдателя. Магнитная индукция  $B$  правого домена направлена перпендикулярно рисунку к наблюдателю. Электроны, прошедшие через эти домены, отклоняются магнитным полем доменов в противоположных направлениях. Это дает возможность получить изображение доменной стенки (границы между доменами) при соответствующей дефокусировке объективной линзы.

Определить угол  $\theta$  между направлениями распространения электронов. Использовать следующие численные данные: заряд электрона  $q = -1,6 \cdot 10^{-19}$  Кл; скорость электрона  $V = 1,9 \cdot 10^8$

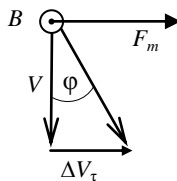


Рис. 2

$\text{м}\cdot\text{с}^{-1}$ ; масса электрона  $m = 9,1 \cdot 10^{-31}$  кг; индукция магнитного поля  $B = 1,79$  Тл; толщина пленки  $d = 150$  нм.

### Решение

Во время движения электрона со скоростью  $V$  в магнитном поле с индукцией  $B$  на электрон действует магнитная составляющая силы Лоренца  $F_m$ . (рис. 2). Поскольку скорость  $V$  перпендикулярна индукции  $B$ , то  $F_m = qVB$ . Эта сила сообщит электрону ускорение  $a = \frac{qVB}{m}$ , которое вызовет появление тангенциальной компоненты скорости  $\Delta V_\tau = a\Delta t$ . Через кристалл толщиной  $d$  электрон будет двигаться в течение времени  $\Delta t = \frac{d}{V}$ . За время  $\Delta t$  тангенциальная компонента скорости составит:

$$\Delta V_\tau = a\Delta t = \frac{qBd}{m}.$$

Согласно рис. 2 и 1,

$$\begin{aligned}\operatorname{tg}\varphi &= \frac{\Delta V_\tau}{V} = \frac{qBd}{mV} = \frac{1,6 \cdot 10^{-19} \cdot 1,79 \cdot 150 \cdot 10^{-9}}{9,1 \cdot 10^{-31} \cdot 1,9 \cdot 10^8} = 0,00025. \\ \varphi &= \arctg 0,0025 = 0,014^\circ. \\ \theta &= 2\varphi = 0,028^\circ.\end{aligned}$$

### Задача 2.25

Дано схематическое изображение сечения ферромагнитной пленки плоскостью рисунка (рис. 1). Пленка содержит смежные 180- градусные магнитные домены, в которых вектор намагниченности  $\mathbf{M}$  параллелен плоскости фольги и противоположен по направлению в чередующихся доменах. Домены разделены стенками 1 и 2. Какая доменная стенка будет изображена на экране микроскопа в виде темной линии (недостаток электронов), а какая в виде светлой линии (избыток электронов), если:

а. С плоскостью изображения сопряжена плоскость АБ (изображение перефокусировано)?

б. С плоскостью изображения сопряжена плоскость СД (изображение недофокусировано)?

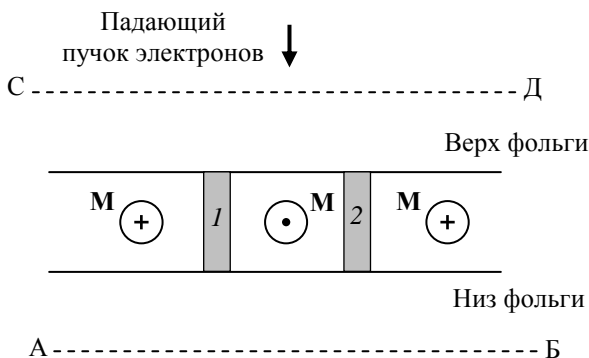


Рис. 1

### Решение

Во время движения электрона через пленку со скоростью  $V$  в магнитном поле с индукцией  $B$  на электрон действует магнитная составляющая силы Лоренца  $F_m = q[V \cdot B]$ , где  $q$  есть заряд электрона (величина отрицательная). Эта сила вызывает отклонение траектории движения электронов от первоначального направления так, как показано на рис. 2. В результате этого возникают области избытка ( $L$  и  $L'$ ) и недостатка ( $D$  и  $D'$ ) электронов.

а. В случае перефокусировки с плоскостью изображения сопряжена плоскость АБ (рис. 2). Доменной стенке 1 будет соответствовать область недостатка электронов  $D'$ . Следовательно, на экране микроскопа доменная стенка 1 будет темной на сером фоне. Доменной стенке 2 будет соответствовать область избытка электронов  $L'$ . Следовательно, на экране микроскопа доменная стенка 2 будет светлой на сером фоне.

б. В случае недофокусировки с плоскостью изображения сопряжена плоскость СД (рис. 2). Доменной стенке 1 будет соответствовать

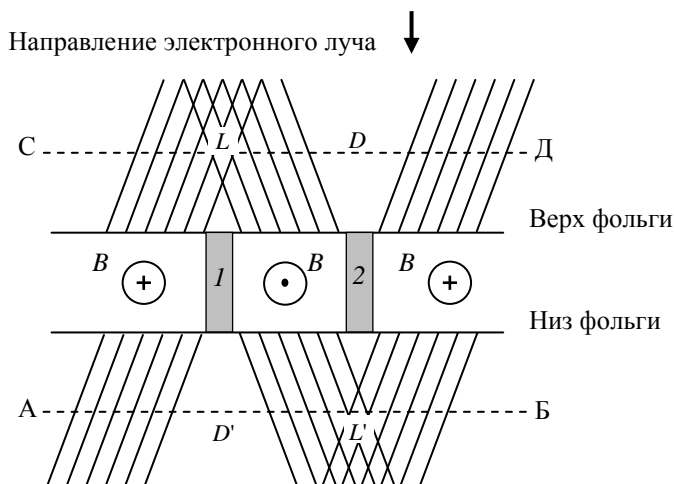
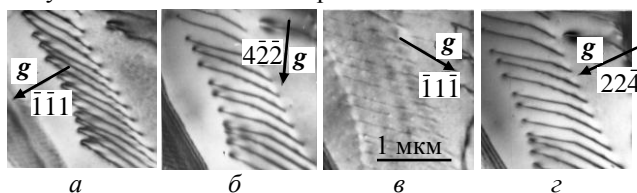


Рис. 2

область избытка электронов  $L$ . Следовательно, на экране микроскопа доменная стенка 1 будет светлой на сером фоне. Доменной стенке 2 будет соответствовать область недостатка электронов  $D$ . Следовательно, на экране микроскопа доменная стенка 2 будет темной на сером фоне.

### Задача 2.26

Дана серия микрофотографий дислокаций в кремнии. Вектор Бюргерса  $\mathbf{b}$  дислокаций может принимать одно из трех значений:  $\frac{1}{2}[110]$ ,  $\frac{1}{2}[101]$  или  $\frac{1}{2}[011]$ . Микрофотографии выполнены при различных действующих отражениях  $\mathbf{g}$ , указанных на рисунке. Погасание контраста имеет место на рисунке в, когда  $\mathbf{g} = \bar{1}1\bar{1}$ . Найти вектор Бюргерса дислокаций из условия погасания контраста.



### Решение

Погасание контраста от дислокации имеет место тогда, когда порядок ее изображения  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0$ . Если  $n \neq 0$ , то дислокация видна. Составим таблицу величин  $n$  для приведенных значений  $\mathbf{g}$  и  $\mathbf{b}$ .

$\mathbf{b}$	$\mathbf{g}$			
	$\bar{1}\bar{1}1$	$\bar{1}1\bar{1}$	$22\bar{4}$	$4\bar{2}\bar{2}$
$\frac{1}{2}[110]$	-1	0	2	1
$\frac{1}{2}[101]$	0	-1	-1	1
$\frac{1}{2}[011]$	0	0	-1	-2

Воспользуемся данными таблицы. Если  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[110]$ , то дислокация не видна только при  $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$ , что имеет место на рисунке *в*.

Если  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[101]$ , то, согласно таблице, дислокация не должна быть видна при  $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}1$ . Однако снимок, выполненный при  $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}1$  (рис. *а*), демонстрирует высокий контраст от дислокаций. Следовательно,  $\mathbf{b} \neq \frac{1}{2}[101]$ .

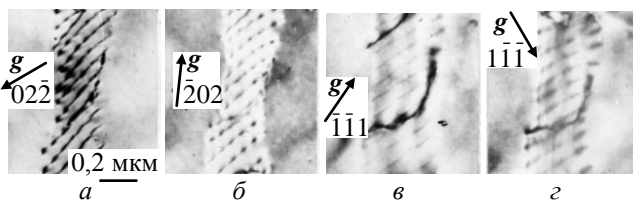
Аналогично, если  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[011]$ , то, согласно таблице, дислокация не должна быть видна при  $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}1$ . Однако снимок, выполненный при  $\mathbf{g} = \bar{1}\bar{1}1$  на рисунке *а*, демонстрирует высокий контраст от дислокаций. Следовательно,  $\mathbf{b} \neq \frac{1}{2}[011]$ .

Заключение:  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[110]$ .

### Задача 2.27



Дана серия снимков дислокаций в кремнии, выполненных при различных действующих отражениях  $g$  на рисунке. Вектор Бюргерса  $b$  дислокаций может принимать одно из четырех значений:  $\frac{1}{2}[011]$ ,  $\frac{1}{2}[101]$ ,  $\frac{1}{2}[\bar{1}10]$  или  $\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ . Погасание контраста имеет место тогда, когда  $g = \bar{2}02$  (рис. б),  $g = \bar{1}\bar{1}1$  (рис. в) и  $g = 1\bar{1}\bar{1}$  (рис. г). Найти вектор Бюргерса дислокаций из условия погасания контраста.



### Решение

Полная дислокация не видна в том случае, когда порядок ее изображения  $n = (g \cdot b) = 0$ . Если  $n \neq 0$ , то дислокация видна. Составим таблицу величин  $n$  для приведенных значений  $g$  и  $b$ .

$b$	$g$			
	$02\bar{2}$	$\bar{2}02$	$\bar{1}\bar{1}1$	$1\bar{1}\bar{1}$
$\frac{1}{2}[011]$	0	1	0	-1
$\frac{1}{2}[101]$	-1	0	0	0
$\frac{1}{2}[\bar{1}10]$	1	1	0	-1
$\frac{1}{2}[1\bar{1}0]$	-1	-1	0	1

Воспользуемся данными таблицы. Если  $b = \frac{1}{2}[011]$ , то дислокация должна была бы быть видна при  $g = \bar{2}02$  и при  $g = 1\bar{1}\bar{1}$ , что не имеет места на рисунке б и г. Следовательно,  $b \neq \frac{1}{2}[011]$ .

Если  $b = \frac{1}{2}[101]$ , то, согласно таблице, дислокация должна быть видна только при  $g = \bar{2}02$ , что имеет место на рисунке а.

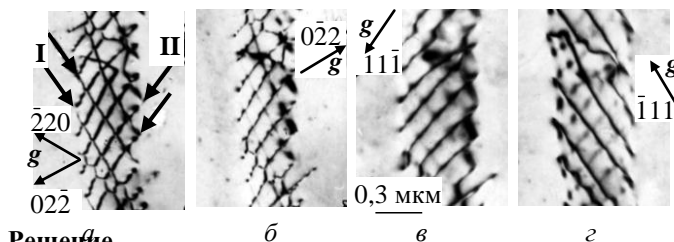
Аналогичные рассуждения показывают, что  $b \neq \frac{1}{2}[\bar{1}10]$  и  $b \neq \frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ .

Заключение:  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[101]$ .

### Задача 2.28

Дана серия снимков дислокационной сетки (границы вращения) в кристалле германия, выполненных при различных действующих отражениях  $\mathbf{g}$  показано на рисунке. Дислокационная сетка образована системами дислокаций I и II изображена на рисунке *a*. Погасание контраста для дислокационной системы I происходит на снимках *б* и *в*, а для системы дислокаций II – на снимке *г*.

Вектор Бюргерса  $\mathbf{b}$  дислокаций может принимать одно из четырех значений:  $\frac{1}{2}[101]$ ,  $\frac{1}{2}[011]$ ,  $\frac{1}{2}[\bar{1}10]$  или  $\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$ . По условию погасания контраста найти векторы Бюргерса дислокаций для систем I и II.



### Решение

Полная дислокация не видна в том случае, когда порядок ее изображения  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0$ . Если  $n \neq 0$ , то дислокация видна. Составим таблицу величин  $n$  для приведенных значений  $\mathbf{g}$  и  $\mathbf{b}$ .

Дислокации системы I отображаются на рисунке *a* ( $\mathbf{g} = \bar{2}20$ ) и на рисунке *г* ( $\mathbf{g} = \bar{1}11$ ). Согласно таблице, этому условию удовлетворяют дислокации с вектором Бюргерса  $\frac{1}{2}[011]$ , поскольку порядок изображения  $n \neq 0$ .

Дислокации системы II отображаются на рисунках: *a* ( $\mathbf{g} = \bar{2}20$ ), *б* ( $\mathbf{g} = 02\bar{2}$ ) и *в* ( $\mathbf{g} = 11\bar{1}$ ). Согласно таблице, этому условию удовлетворяют дислокации с вектором Бюргерса  $\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$ , поскольку порядок изображения  $n \neq 0$ .

Значения  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b})$ .

$\mathbf{b}$	$\mathbf{g}$			
	$\bar{2}20$	$0\bar{2}2$	$11\bar{1}$	$\bar{1}11$
$\frac{1}{2}[101]$	-1	1	0	0
$\frac{1}{2}[011]$	1	0	0	1
$\frac{1}{2}[\bar{1}10]$	2	-1	0	1
$\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$	-1	2	-1	0

Закключение. Для дислокаций системы I вектор Бюргерса  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[011]$ . Для дислокаций системы II вектор Бюргерса  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[0\bar{1}1]$ .

### Задача 2.29

Дана серия микрофотографий (рис. 1) петель частичных дислокаций Шокли, лежащих в плоскости (111) кристалла карбида кремния ( $\beta$ -SiC, решетка – ГЦК). Внизу каждой микрофотографии приведена соответствующая ей картина микродифракции (контраст инвертирован) и отмечена ориентация дифракционного вектора  $\mathbf{g}$ . Микрофотографии выполнены в двулучевом приближении при таких условиях, когда для одной из петель порядок изображения  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0$ . Найти значения векторов Бюргерса для дислокационных петель 1, 2 и 3.

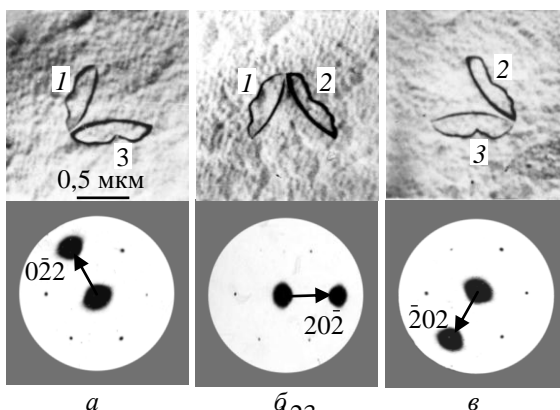


Рис.1

### Решение

Для частичных дислокаций Шокли вектор Бюргерса  $\mathbf{b} = \frac{1}{6}\langle 112 \rangle$ .

Он лежит в плоскости дислокационной петли. Условию невидимости дислокационной петли  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 0$  соответствует такая ориентация вектора Бюргерса  $\mathbf{b}$ , когда он перпендикулярен дифракционному вектору  $\mathbf{g}$ . По условию задачи вектора  $\mathbf{b}$ ,  $\mathbf{g}$  и дислокационные петли лежат в плоскости (111). Следовательно, среди всех возможных векторов Бюргерса типа  $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$ , надо выбрать тот, который ле-

жит плоскости (111) и перпендикулярен данному дифракционному вектору  $\mathbf{g}$ .

Воспользуемся сечением (111) обратной решетки ГЦК структуры (рис. 2). На этой схеме сплошными стрелками отметим дифракционные вектора, указанные на картинах микродифракции рис. 1, *a*, *б* и *в*.

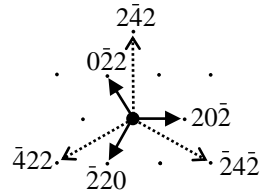


Рис. 2

Пунктирными стрелками отметим перпендикулярные им векторы.

Согласно рис. 1, дифракционному вектору  $0\bar{2}2$  перпендикулярен вектор  $\bar{4}22$ , задающий направление  $\bar{2}11$ . Следовательно, для дислокационной петли 2, которая не видна на рис. 1, *a*, вектор Бюргерса  $\mathbf{b}_2 = \frac{1}{6}[\bar{2}11]$ .

Дифракционному вектору  $20\bar{2}$  перпендикулярен вектор  $2\bar{4}2$ , задающий направление  $1\bar{2}1$ . Следовательно, для дислокационной петли 3, которая не видна на рис. 1, *б*, вектор Бюргерса  $\mathbf{b}_3 = \frac{1}{6}[1\bar{2}1]$ .

Дифракционному вектору  $\bar{2}20$  перпендикулярен вектор  $22\bar{4}$ , задающий направление  $11\bar{2}$ . Следовательно, для дислокационной петли  $L$ , которая не видна на рис. 1,  $\mathbf{v}$ , вектор Бюргерса  $\mathbf{b}_1 = \frac{1}{6}[11\bar{2}]$ .

### Список литературы

1. Электронная микроскопия тонких кристаллов / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан. – М. : Мир, 1968.
2. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении / Л.М. Утевский. – М. : Металлургия, 1973.

## РАЗДЕЛ 3. ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ

### 3.1. Интерференционные полосчатые изображения бездефектных кристаллов

Интерференционные электронно-микроскопические изображения кристаллов возникают при интерференции двух или большего количества электронных пучков (рис. 3.1). Пучками, которые интерферируют, могут быть прямой и дифрагированный, два и более дифрагированных,

пучки первичной и двойной дифракции в случае многослойных кристаллов. Вследствие интерференции возникают периодические полосчатые электронно-микроскопические изображения.

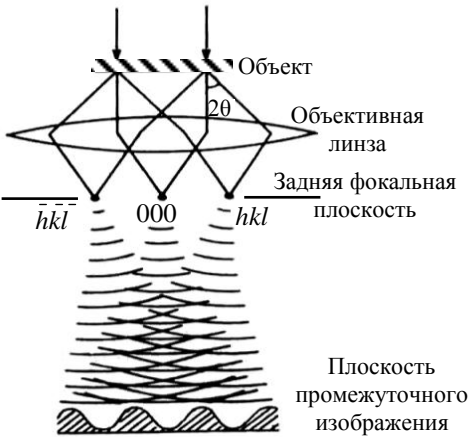


Рис. 3.1. Интерференция прямого и дифрагированных электронных пучков

Независимо от того, какие пучки интерферируют, общие закономерности построения полосчатых изображений одинаковы и заключаются в следующем. Допустим, что через апертурную диафрагму микроскопа проходят прямой и дифрагованный пучки (рис. 3.2, а, положение диафрагмы 1). Расстояние между этими пучками на дифракционной картине (на электронограмме) определяется дифракционным вектором  $\mathbf{g}$ , который измеряется в обратных нанометрах ( $\text{nm}^{-1}$ ). Если созданы условия для интерференции этих пучков, то возникает полосчатое изображение, период которого  $D = |\mathbf{g}|^{-1}$ .

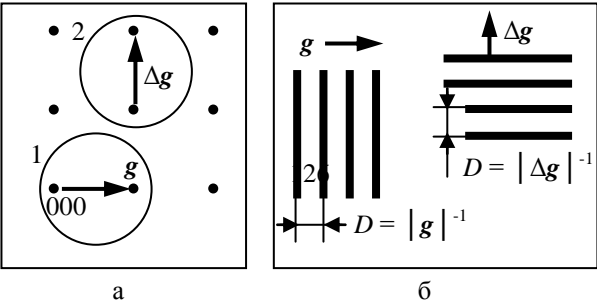


Рис. 3.2. Эскиз электронограммы, на которой указано положение

Интерференционные полосы ориентированы перпендикулярно вектору  $\mathbf{g}$  (рис. 3.2, б). Когда через апертурную диафрагму проходят два дифрагованных пучка, их взаимное расположение характеризуется вектором  $\Delta\mathbf{g}$  (рис. 3.2, а, положение диафрагмы 2). В этом случае период полос равен  $|\Delta\mathbf{g}|^{-1}$ . Полосы ориентированы перпендикулярно вектору  $\Delta\mathbf{g}$ .

На интерференционном изображении монокристалла полосы располагаются с периодом, который соответствует межплоскостному расстоянию тех плоскостей, на которых происходит дифракция. Такие полосы соответствуют изображениям кристаллических плоскостей, а их периоды составляют нанометры или десятые доли нанометра.

В случае двухслойных кристаллов может иметь место интерференция пучков, которые дифрагировали на разных решетках, или интерференция пучков, образованных при двойной дифракции. Тогда возникающая интерференционная картина носит название муаровых полос. Геометрия муаровых полос подчиняется тем же правилам, которые были сформулированы для изображений плоскостей кристаллической решетки. А именно: период муаровых полос  $D = |\Delta\mathbf{g}|^{-1}$  и полосы ориентированы перпендикулярно вектору  $\Delta\mathbf{g}$ . Вектор  $\Delta\mathbf{g}$ , как и раньше, соединяет на электронограмме пучки, которые попадают в апертурную диафрагму и интерферируют. Период муаровых полос может значительно превышать периоды изображений плоскостей кристаллической решетки и может достигать десятков нанометров.

Для решения задач по данной теме необходимо измерить на элек-

тронограмме длину дифракционных векторов в обратных нанометрах для пучков, которые интерферируют, а также величины периодов соответствующих полосчатых изображений в нанометрах на микроскопических фотографиях. Соотношения между этими величинами должны быть такими, какими они отмечены в п. 3.1.

### Пример задачи и ее решение

#### Задача 3.1

Дано: эскиз электронограммы двухслойного кристалла на рисунке 1; решетки кубические; есть разница периодов и азимутальная ориентация решеток; апертурная диафрагма пропускает все пучки.

Задание: исходя из электронограммы, построить несколько полосчатых интерференционных изображений плоскостей кристаллических решеток и муаровых полос; отметить на электронограмме соответствующие векторы  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$ ; рассчитать периоды полос (в нанометрах).

#### Решение.

На электронограмме (рис. 2, *a*) показаны возможные векторы  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$ . На схеме микрофотографии (рис. 2, *б*) – расположение плоскостей кристаллических решеток и муаровых полос, которые начерчены перпендикулярно векторам  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$ .

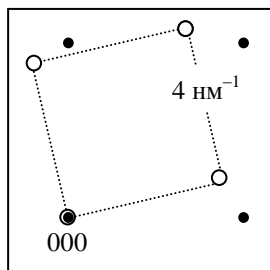
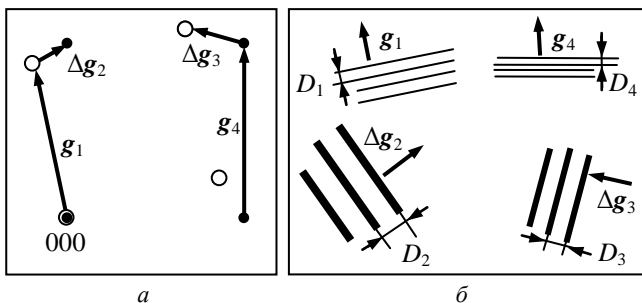


Рис.1



128  
Рис. 2



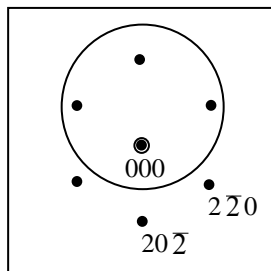
Измерив на электронограмме длины векторов  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$  и используя масштаб электронограммы, получим, согласно соотношениям  $D = |\mathbf{g}|^{-1}$  или  $D = |\Delta\mathbf{g}|^{-1}$ , величины периодов плоскостей кристаллических решеток  $D_1 = 0,24$  нм,  $D_4 = 0,22$  нм и периоды муаровых полос  $D_2 = 0,91$  нм и  $D_3 = 0,63$  нм.

### Задачи для самостоятельного решения

#### Задача 3.2

Дано: электронограмма кристалла с ГЦК решеткой; параметр решетки 0,4 нм; ориентация (111). Положение апертурной диафрагмы отмечено окружностью.

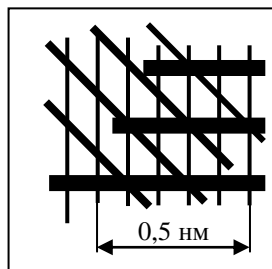
Задание: начертить все возможные векторы  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$  для пучков, которые интерферируют; построить полосчатые электроно-микроскопические изображения; пояснить их природу; определить ориентацию полос и рассчитать их периоды в нанометрах.



#### Задача 3.3

Дано: эскиз микроскопического снимка с интерференционными изображениями трех систем плоскостей кристалла с ГЦК решеткой в ориентации (001). Параметр решетки 0,4 нм.

Задание: построить соответствующую электронограмму. Исходя из масштаба снимка, рассчитать, интерференция каких пучков может привести к появлению трех систем по-

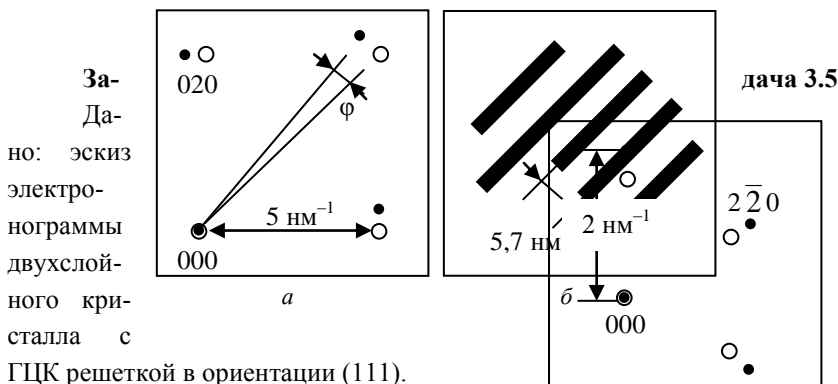


лос, показанных на микрофотографии. Отметить векторы  $\mathbf{g}$  и показать минимальный размер апертурной диафрагмы.

### Задача 3.4

Дано: эскизы электронограммы (*a*) и интерференционной картины (*б*) для двухслойного кристалла с азимутальной разориентацией решетки ГЦК.

Задание: установить природу полос; отметить на электронограмме пучки, которые интерферируют, и вектор  $\Delta\mathbf{g}$ ; рассчитать (а не измерить на электронограмме) угол разориентировки  $\phi$ ; исходя из величины периода интерференционных полос и масштаба электронограммы, рассчитать и построить полосы Муара для отражения (020).

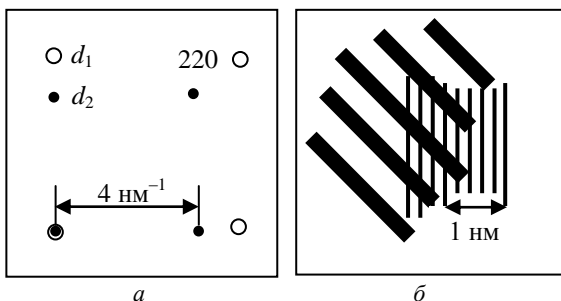


Задание: построить несколько рефлексов двойной дифракции; изготовить эскиз снимка с муаровыми полосами трех ориентаций; отметить для них векторы  $\Delta\mathbf{g}$ , показать расположение апертурной диафрагмы. Исходя из масштаба электронограммы, рассчитать период муаровых полос в нанометрах.

### Задача 3.6

Дано: эскизы электронограммы (а) и микроскопического снимка (б) двухслойного кристалла. Решетки кубические. Апертурная диафрагма пропускает все пучки.

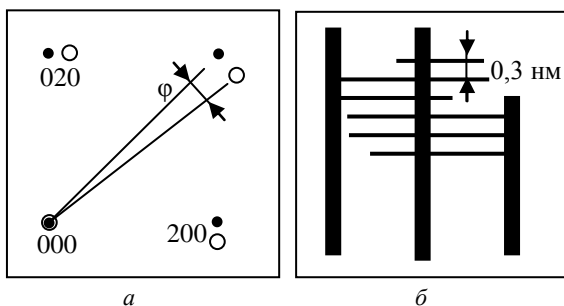
Задание: исходя из эскиза электронограммы, рассчитать периоды полос. Используя электронограмму, определить, представляют собой вертикальные и наклоненные полосы, указать для них дифракционные векторы  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$ .



Задание: исходя из эскиза электронограммы, рассчитать периоды полос. Используя электронограмму, определить, представляют собой вертикальные и наклоненные полосы, указать для них дифракционные векторы  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$ .

### Задача 3.7

Дано: эскиз электронограммы (а) и интерференционной картины (б) для двухслойного кристалла; решетки кубические. Апертурная диафрагма пропускает все пучки.

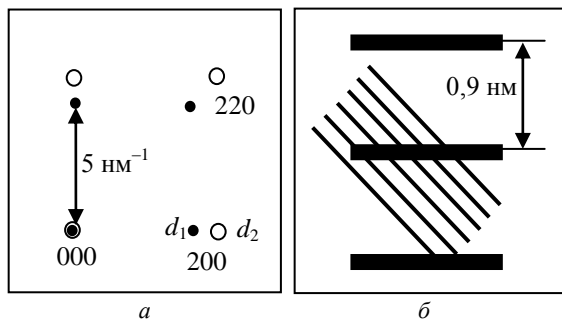


Задание: установить, что собой представляют вертикальные и горизонтальные полосы; указать, интерференция каких пучков привела к

их появлению; определить периоды полос; рассчитать (а не измерить на электронограмме) угол  $\varphi$  разориентации кристаллических решеток. Рассчитать и построить муаровые полосы для интерференции пучков (220).

### Задача 3.8

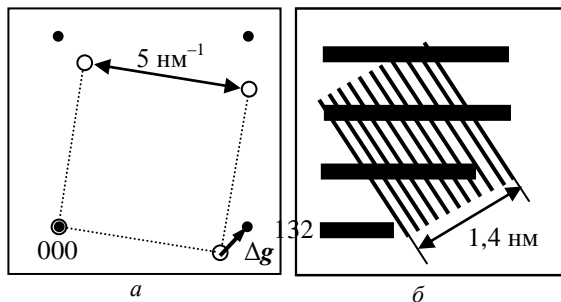
Дано: эскизы электронограммы (а) и интерференционного изображения (б) двухслойного кристалла с ГЦК решеткой.



Задание: определить природу полос; показать для них пучки, которые интерферируют, а также векторы  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$ . На основании интерференционной картины и расположения рефлексов на электронограмме рассчитать межплоскостное расстояние  $d_2$ .

### Задача 3.9

Дано: эскизы электронограммы (а) и микроскопического снимка (б) двухслойного кристаллического образца с азимутальной разориентировкой. Апертурная диафрагма пропускает все пучки.

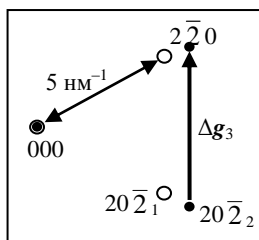


Задания: установить, что представляют собой две системы полос на микрофотографии; показать на электронограмме пучки, которые интерферируют, а также векторы  $\mathbf{g}$  и  $\Delta\mathbf{g}$  для них. Исходя из масштаба электронограммы, рассчитать периоды полос; построить интерференционное изображение для вектора  $\Delta\mathbf{g}$ , показанного на электронограмме.

### Задача 3.10

Дано: эскиз электронограммы двухслойного кристалла с ГЦК решеткой в ориентации (111); апертурная диафрагма пропускает все пучки.

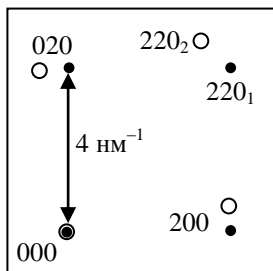
Задание: построить интерференционные изображения плоскостей  $2\bar{2}0$  решетки 1, темнопольного муара в отражениях  $20\bar{2}$  решеток 1 и 2; указать соответствующие векторы  $\mathbf{g}_1$  и  $\Delta\mathbf{g}_2$  на электронограмме; построить интерференционное изображение для вектора  $\Delta\mathbf{g}_3$ . Исходя из масштаба электронограммы, рассчитать периоды кристаллических плоскостей и муаровых полос в нанометрах.



### Задача 3.11

Дано: эскиз электронограммы двухслойного кристалла с азимутальной разориентировкой; ГЦК решетки; апертурная диафрагма пропускает все пучки.

Задание: построить интерференционные изображения темнопольного муара для

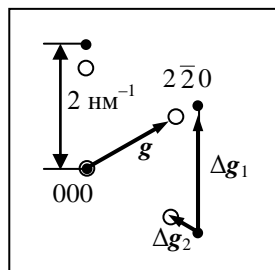


отражений 220, плоскостей 220 решеток 1 и 2; указать на электронограмме соответствующие векторы  $\Delta g$  и  $g$ . Исходя из масштаба электронограммы, рассчитать периоды интерференционных полос.

### Задача 3.12

Дано: эскиз электронограммы (рис. 3.15) двухслойного кристалла с ГЦК решеткой в ориентации (111).

Задание: построить интерференционные изображения для указанных на электронограмме векторов  $g$  и  $\Delta g$ ; определить природу полос; исходя из масштаба электронограммы, рассчитать периоды соответствующих полосчатых изображений в нанометрах.



## 3.2. Изображения дефектов кристаллического

### строения на снимках с интерференционным контрастом

Снимки с интерференционным контрастом позволяют наблюдать такие дефекты кристаллического строения, как дислокации, дефекты упаковки, малоугловые и высокоугловые границы зерен.

На снимках с изображениями плоскостей кристаллической решетки краевые дислокации, линии которых ориентированы перпендикулярно поверхности образца, имеют вид дополнительных полуполос (рис. 3.3). Их количество (порядок изображения дислокации)  $n = (g \cdot b)$ , где  $g$  – дифракционный вектор для интерферирующих пучков,  $b$  – вектор Бюргера дислокации. Для

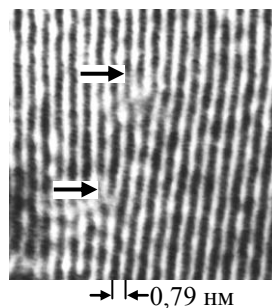


Рис. 3.3. Изображение дислокаций в кристалле  $Sb_2S_3$  при разрешении плоскостей (110)

полных дислокаций  $n$  равно нулю или целому числу. Если  $n = 0$ , то изображение дислокации исчезает. Это обстоятельство используется для определения вектора Бюргера.

Изображение одной и той же дислокации при разных действующих отражениях  $g$  может иметь разный вид как по количеству лишних полуполос, так и по их ориентации. Пример возможных изображений полной дислокации с вектором Бюргера  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}[110]$  в кристалле с ГЦК решеткой показан на рис. 3.4. Дано расположение дислокации в кристалле (рис. 3.4, *a*) и эскизы снимков с изображениями кристаллических плоскостей для разных действующих дифракционных векторов  $g$  (рис. 3.4, *б*, *в* и *г*). Когда  $g = 200$ , то  $(g \cdot b) = 1$  (рис. 3.4, *б*). Когда  $g = 040$  или  $220$ , то  $(g \cdot b) = 2$  (рис. 3.4, *в* и *г* соответственно). Для  $g = \bar{2}20$ ,  $\bar{4}40$  и т.д.  $(g \cdot b) = 0$  и изображение дислокации исчезает.

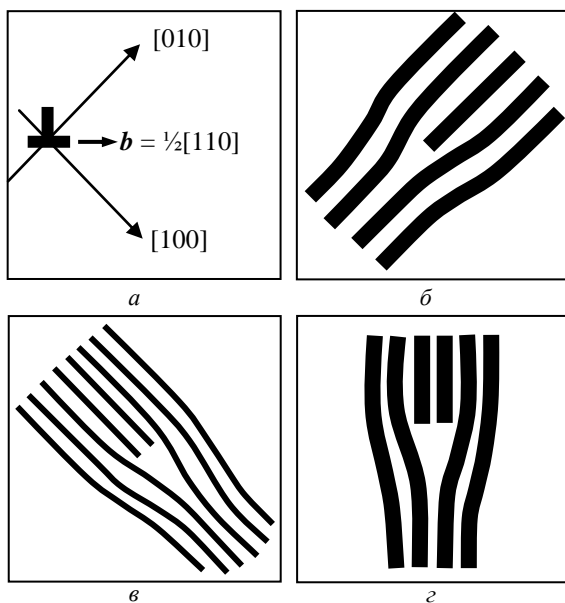


Рис. 3.4. Изображения полной дислокации

На снимках с полосами параллельного муара полные краевые дислокации имеют такой же вид, как и на снимках с изображением кристаллических плоскостей. Количество дополнительных полуполос определяется соотношением  $n = (\mathbf{g} \cdot \mathbf{b})$ , где  $\mathbf{g}$  – дифракционный вектор для тех плоскостей, отражение от которых образуют муар (подчеркнем, что  $\mathbf{g}$ , а не  $\Delta\mathbf{g}$ , который используется для вычисления периода муара и определения ориентации муаровых полос).

Для снимков с муаром вращения, как и для параллельного муара, краевые дислокации дают изображения в виде дополнительных муаровых полуполос. Разница состоит в следующем. Если рассматривается изображение краевой дислокации, для которой полуплоскость в кристалле ориентирована вертикально, то на картине параллельного муара дополнительная полуполоса также будет ориентирована вертикально, а на картине муара вращения дополнительная полуполоса будет ориентирована горизонтально.

На рис. 3.5 дана схема расположения краевой дислокации в кристалле (а) и ее изображение на картине параллельного муара (б) и муара вращения (в) для  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}) = 1$ .

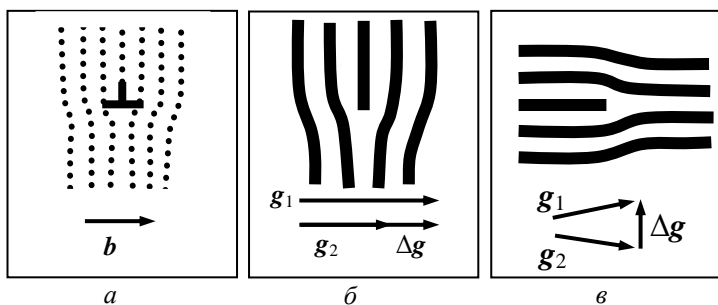


Рис. 3.5. Картина Муара при наличии дислокации



Снимки с интерференционным контрастом позволяют находить векторы Бюргерса дислокаций. Для этого необходимо знать, для какого отражения  $g$  сделан снимок и сколько полуполос имеет изображение дислокации. Если сделан только один снимок, то согласно уравнению  $n = (g \cdot b) = |g| \cdot |b| \cos \varphi$ , можно найти лишь проекцию вектора Бюргерса на вектор  $g$ .

Для полного определения вектора Бюргерса необходимо сделать, по крайней мере, три снимка при трех непараллельных векторах  $g$ . Иногда достаточно сделать два снимка. Это в том случае, когда известно, что вектор Бюргерса лежит в той плоскости, которая проходит через два вектора  $g$ . Тогда мы можем записать два уравнения:  $n_1 = g_1 b$  и  $n_2 = g_2 b$ , откуда следует, что  $n_1 - n_2 = (g_1 - g_2)b$ . Например, берем  $g_1 = 200$  и  $g_2 = 040$  и получаем такие изображения, как на рис. 3.18 б, в. Для них  $n_1 = 1$ ,  $n_2 = 2$ . Запишем:  $n_1 - n_2 = ([200] - [040])b = [2\bar{4}0]b = -1$ . Учтя, что возможные векторы Бюргерса в ГЦК решетке имеют вид  $b = \frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ , получим  $b = \frac{1}{2}[110]$ .

Если на одном из снимков изображение дислокации исчезает, то  $n = gb = 0$  и мы имеем простейший случай, когда  $b$  ориентирован перпендикулярно  $g$ .

### Пример задачи и ее решение

**Задача 3.13.** Дано: эскиз снимка кристалла с ГЦК решеткой в ориентации (001) (рис. 1). На снимке есть изображение двух дислокаций с векторами Бюргерса типа  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ , которые лежат в плоскости (001).

**Решение.** В плоскости (001) могут лежать такие векторы Бюргерса:  $b_1 = \frac{1}{2}[110]$ ,  $b_2 = \frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ ,  $b_3 = \frac{1}{2}[1\bar{1}0]$ ,  $b_4 = \frac{1}{2}[\bar{1}10]$ . При использовании  $g = 200$  для

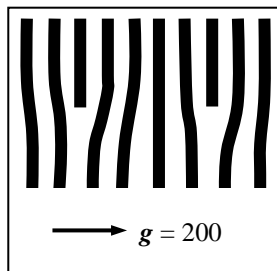


Рис. 1

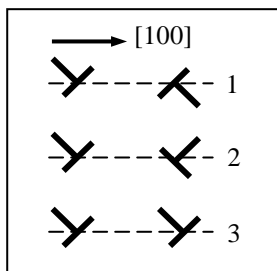


Рис. 2

всех этих дислокаций  $n = \mathbf{g}\mathbf{b} = \pm 1$ , т. е. они должны давать на микроскопическом изображении одну дополнительную полуполосу. Возможные варианты взаимного расположения дислокаций показаны на рис. 1 в задаче 2.20.

В варианте 1 дополнительные полуполосы располагались бы в противоположных направлениях, т. е. одна вверх, другая вниз, что не соответствует снимку. Варианты 2 и 3 дают одинаковые изображения, что соответствует снимку. Поэтому для окончательного решения вопроса следует сделать дополнительный снимок, например, такой, на котором бы исчезало изображение дислокации.

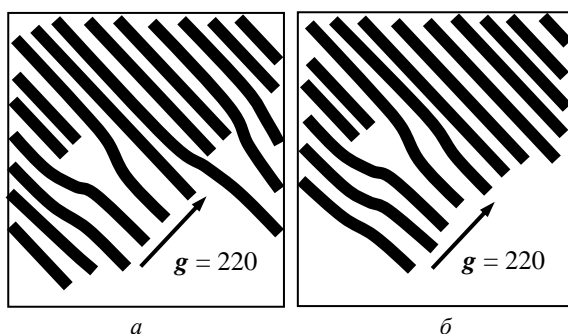
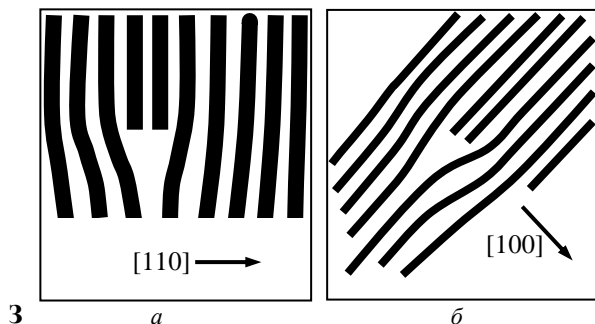


Рис. 3

Возьмем  $\mathbf{g} = 220$ . Тогда при одинаковых векторах Бюргерса, например  $\frac{1}{2}[110]$ , изображения обеих дислокаций были бы одинаковыми и образованы из двух дополнительных полуполос, поскольку  $\mathbf{g}\mathbf{b} = 2$ . Пример такого снимка показан на рис. 3, *а*. При разных векторах Бюргерса, например  $\mathbf{b}_1 = \frac{1}{2}[110]$  и  $\mathbf{b}_2 = \frac{1}{2}[1\bar{1}0]$  (вариант 2), мы получили бы  $n_1 = 2$ ,  $n_2 = 0$ , т. е. изображение одной из дислокаций исчезло бы, как это показано на рис. 3, *б*.

### Задачи для самостоятельного решения

**Задача 3.14.** Дано: эскизы двух снимков ГЦК кристалла с дислокацией; получено изображение плоскостей при разных действующих дифракционных векторах  $g$ ; ориентация кристалла (001).

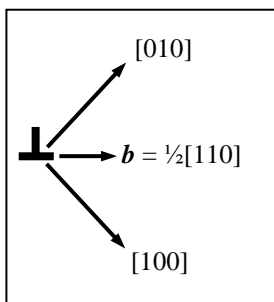


ада-

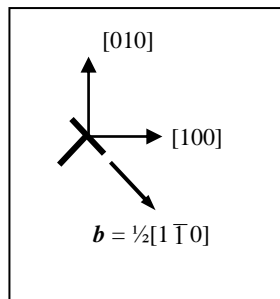
**ние:** построить электронограмму, определить, какой вектор Бюргерса у дислокации, в каких отражениях сделаны снимки на рисунках (а) и (б); построить изображения для отражения (020).

**Задача 3.15.** Дано: кристалл с ГЦК решеткой в ориентации (001); в кристалле есть дислокация, положение которой показано на эскизе.

**Задание:** построить электронограмму и микроскопический снимок с изображением плоскостей решетки при действующих интерференциях  $g = 200$  и  $2\bar{2}0$ ; для аналогичного двухслойного кристалла с азимутальной разориентацией построить картину муара вращения при интерференции отражений, которые отвечают  $\Delta g = g_1(220) - g_2(220)$ .



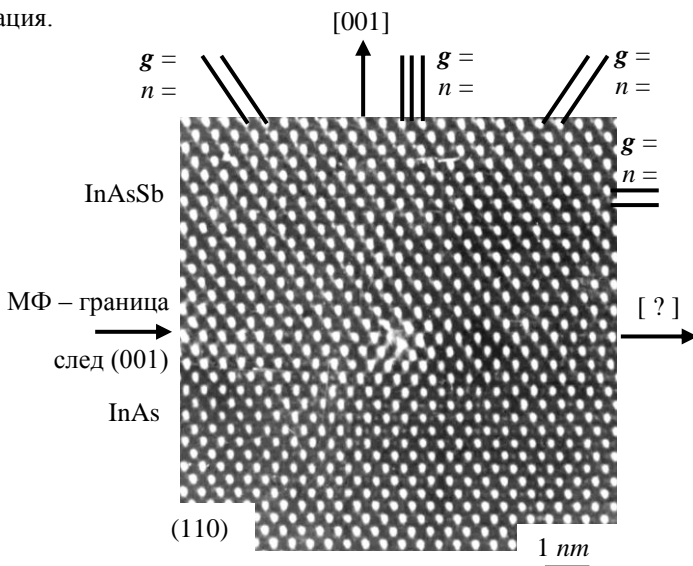
**Задача 3.16.** Дано: кристалл с ГЦК решеткой в ориентации (001); в кристалле есть дислокация, положение которой приведено на эскизе.



**Задание:** определить, при каких  $g$  и сколько необходимо сделать снимков с изображением кристаллических плоскостей, чтобы доказать, что дислокация имеет именно такой вектор Бюргерса. Построить эскизы соответствующих изображений. Решить аналогичный вопрос для такой же дислокации в двухслойном кристалле с азимутальной разориентацией при наблюдении муара вращения.

**Задача 3.17.** Дано: изображение атомной структуры кристаллического образца – снимок поперечного сечения двухслойного эпитаксиального образца InAsSb / InAs (рис. 1). Получено изображение тонкой структуры межфазной (МФ) границы, ГЦК решетки Браве. Атомная структура сфалеритная; плоскость снимка (110).

**Задание:** найти в структуре межфазной границы изображение дислокации несоответствия (рекомендуется рис. 1 рассматривать под «скользящим» углом зрения). Определить для разных плоскостей значение  $n$  – числа лишних полуплоскостей, какими отображается дислокация.



При помощи сечения (110) обратной решетке ГЦК кристалла (рис. 2) определить векторы  $\mathbf{g}$  соответствующих плоскостей. Используя правило  $n = \mathbf{g}\mathbf{b}$ , найти вектор Бюргера  $\mathbf{b}$  дислокации несоответствия. Принять во внимание, что в ГЦК решетке вектор Бюргера может иметь вид  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ .

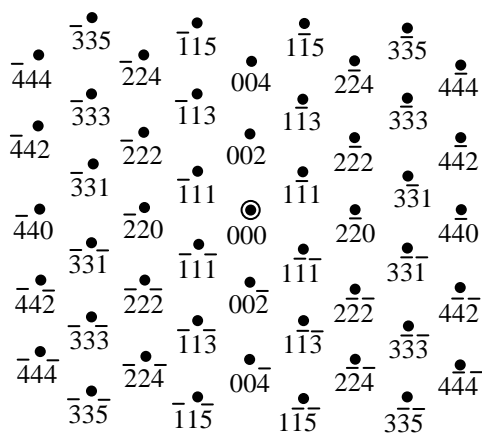


Рис. 2

### Список литературы

1. Томас Г. Просвечивающая электронная микроскопия материалов / Г. Томас, М. Дж. Гориндж. – М. : Наука, 1983. – 320 с.
2. Спенс Дж. Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения / Дж. Спенс. – М. : Наука, 1986. – 320 с.

## ПРИЛОЖЕНИЯ

### Приложение 1 к лабораторной работе 6

#### П.1.1. Расчет межплоскостных расстояний $d(\text{\AA})$ и углов $\varphi(^{\circ})$

Кубическая система

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}\right)}}; \quad (\text{П.1})$$

$$\varphi = \frac{180}{\pi} \cdot \arccos \left( \frac{h_1 \cdot h_2 + k_1 \cdot k_2 + l_1 \cdot l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) \cdot (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}} \right). \quad (\text{П.2})$$

Гексагональная система

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{4 \cdot (h^2 + h \cdot k + k^2)}{3 \cdot a^2} + \left(\frac{l}{c}\right)^2\right)}}. \quad (\text{П.3})$$

$$\varphi = \frac{180}{\pi} \cdot \arccos \left( \frac{h_1 \cdot h_2 + k_1 \cdot k_2 + 0,5 \cdot (h_1 \cdot k_2 + h_2 \cdot k_1) + 0,75 \cdot \left(\frac{a}{c}\right)^2 \cdot l_1 \cdot l_2}{\sqrt{\left(h_1^2 + k_1^2 + h_1 \cdot k_1 + 0,75 \cdot \left(\frac{a}{c}\right)^2 \cdot l_1^2\right)}} \times \frac{1}{\sqrt{\left(h_2^2 + k_2^2 + h_2 \cdot k_2 + 0,75 \cdot \left(\frac{a}{c}\right)^2 \cdot l_2^2\right)}} \right). \quad (\text{П.4})$$

Тетрагональная система

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \left(\frac{l}{c}\right)^2\right)}}; \quad (\text{П.5})$$

*Продолжение приложения 1*

$$\varphi = \frac{180}{\pi} \cdot \arccos \left( \frac{\frac{1}{a^2} (h_1 \cdot h_2 + k_1 \cdot k_2) + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \cdot l_1 \cdot l_2}{\sqrt{\left(\frac{1}{a^2} \cdot (h_1^2 + k_1^2) + \left(\frac{l_1}{c}\right)^2\right)} \cdot \left(\frac{1}{a^2} \cdot (h_2^2 + k_2^2) + \left(\frac{l_2}{c}\right)^2\right)} \right). \quad (\text{П.6})$$

Ромбическая система

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}\right)}}; \quad (\text{П.7})$$

$$\varphi = \frac{180}{\pi} \cdot \arccos \left( \frac{\frac{h_1 \cdot h_2}{a^2} + \frac{k_1 \cdot k_2}{b^2} + \frac{l_1 \cdot l_2}{c^2}}{\sqrt{\left(\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2}\right)} \cdot \left(\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2}\right)} \right). \quad (\text{П.8})$$

Моноклинная система

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h^2}{a^2 \cdot (\sin(\beta))^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2 \cdot (\sin(\beta))^2} + \frac{-2 \cdot h \cdot l \cdot (\cos(\beta))}{a \cdot c \cdot (\sin(\beta))^2}\right)}};$$

(П.9)

$$\varphi = \frac{180}{\pi} \cdot \arccos \left[ \frac{\frac{h_1 \cdot h_2}{a^2} + \frac{k_1 \cdot k_2 \cdot (\sin(\beta))^2}{b^2} + \frac{l_1 \cdot l_2}{c^2} + \frac{-(l_1 \cdot h_2 + h_1 \cdot l_2) \cdot \cos(\beta)}{a \cdot c}}{\sqrt{\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2 \cdot (\sin(\beta))^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2} + \frac{-2 \cdot h_1 \cdot l_1 \cdot \cos(\beta)}{a \cdot c}}} \times \frac{1}{\sqrt{\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2 \cdot (\sin(\beta))^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2} + \frac{-2 \cdot h_2 \cdot l_2 \cdot \cos(\beta)}{a \cdot c}}} \right] \quad (\text{П.10})$$

Продолжение приложения 1

### П.1.2. Файл-функция «*fimiller*». Руководство пользователя

Предлагаемая программа составлена для работы в системе *MatLab*. Она облегчает процедуру индирования электронограммы от вещества с известными кристаллографическими параметрами. На экспериментальной электронограмме необходимо измерить угол  $\varphi$  между двумя дифракционными векторами, а также рассчитать соответствующие им межплоскостные расстояния  $d$ . После ввода в программу экспериментальных значений  $\varphi$  и  $d$ , а также табличных значений параметров кристаллической решетки, характеризующих образец, файл-функция «*fimiller*» предлагает варианты индексов Миллера ( $h_1 \ k_1 \ l_1$ ) и ( $h_2 \ k_2 \ l_2$ ) для двух выбранных рефлексов электронограммы.

Поясним работу программы на конкретном примере. Допустим, мы исследуем диоксид гафния ( $\text{HfO}_2$ ). Для этого соединения, имеющего ромбическую решетку, параметры следующие:  $a = 5,008$ ;  $b = 5,062$  и  $c = 5,223$  Å. Для двух выбранных на электронограмме отражений измеренные значения составляют:  $\varphi = 63 \pm 0,3^\circ$ ,  $d_1 = 2,93 \pm 0,01$  Å и  $d_2 = 2,06 \pm$



$\pm 0,01 \text{ \AA}$ . Необходимо решить, какие индексы следует приписать рассматриваемым рефлексам.

Задача решается следующим образом. Запускаем систему *MatLab*. В окне «*Command window*» набираем имя файл функции «*fmiller*». В командном окне появляются строки.

*Функция вычисления индексов Миллера*

*Введите <1> – для продолжения работы с текущими параметрами, <0> – для ввода новых параметров.* Если ранее мы уже работали с этим веществом, то вводим “1”. Если нет – вводим “0”. Поскольку нам надо ввести новые параметры кристаллической решетки, то вводим “0”.

*Задайте с помощью клавиатуры тип системы:*

*<1> – гексагональная система*

*<2> – кубическая система*

*<3> – моноклинная система*

*<4> – ромбическая система*

*Продолжение приложения 1*

*<5> – тетрагональная система*

*Тип системы*

Исследуем вещество с ромбической кристаллической решеткой.

Вводим “4”.

*Введите (в ангстремах) значение параметра a =*

Вводим табличное значение “5,008”.

*Введите (в ангстремах) значение параметра b =*

Вводим табличное значение “5,052”.

*Введите (в ангстремах) значение параметра c =*

Вводим табличное значение “5,223”.

*Введите значение угла между плоскостями (в градусах):*

Вводим измеренное значение угла “63”.

*Введите максимальное отклонение значения угла между плоскостями (в градусах):*

Вводим величину, равную погрешности измерения угла, в данном случае “0,3”.

*Введите минимальное возможное значение индексов Миллера*

В ходе выполнения программы осуществляется перебор чисел от максимального до минимального значения, из которых будут составлены пары индексов Миллера для рассматриваемых рефлексов. Если, например, ввести число “-2”, то процесс начнется с рассмотрения индексов (-2 -2 -2). Вводим число “-2”.

*Введите максимальное возможное значение индексов Миллера*

Вводим число “2”.

*Задать ограничение для межплоскостных расстояний  $d$ :  $<1>$  - Да,  $<0>$  - Нет?*

Эта команда дает возможность исключить из рассмотрения те индексы отражений, для которых  $d_1 = 2,93 \text{ \AA} > d > d_2 = 2,06 \text{ \AA}$ . Вводим “1”.

*Введите минимальное возможное значение для  $d$ :*

Вводим “2,06”.

*Продолжение приложения 1*

*Введите максимальное возможное значение для  $d$ :*

Вводим “2,95”.

*Записать результаты расчета в файл:  $<1>$  - Да,  $<0>$  - Нет ?*

При утвердительном ответе на вопрос команда создает файл с результатами расчета.

Вводим “1”.

После этого в окне “Command window” появляется результат работы программы.

*result =*

*Индексы Миллера, ромбическая система*

угол	(h1 k1 l1)	d1	(h2 k2 l2)	d2	СКИ1	СКИ2
62,84	-1 -1 -1	2,942	1 -2 -1	2,073	3	6
62,84	-1 -1 1	2,942	1 -2 1	2,073	3	6

62,84	-1	-2	-1	2,073	1	-1	-1	2,942	6	3
62,84	-1	-2	1	2,073	1	-1	1	2,942	6	3

---

Поясним результат. Первый столбец таблицы. Значение угла, вычисленное согласно соотношению (8п) приложения 2. Второй столбец – индексы, приписываемые одному из рефлексов. Третий столбец – межплоскостное расстояние соответствующее этому дифракционному вектору. Вычисляется согласно (7п) приложения 2. Четвертый столбец – индексы, приписываемые другому рефлексу. Пятый столбец – межплоскостное расстояние соответствующее этому дифракционному вектору. Шестой столбец (СКИ 1) – сумма квадратов индексов, приписываемых первому рефлексу. Седьмой столбец (СКИ 2) – сумма квадратов индексов, приписываемых второму рефлексу.

#### *Продолжение приложения 1*

Согласно приведенной таблицы результатом работы файл функции “*fimiller*” являются четыре равноправных варианта индирования двух выбранных рефлексов электронограммы.

#### **П.1.3. Листинг программы «*fimiller*»**

```
1.function fimiller
2. fname = 'fimiller.ini'; [fid] = fopen(fname,'r'); if fid ~= -1
3. ini = fscanf(fid, '%g', [1 inf]); fclose(fid); stype = ini(1); switch
   stype
4. case 1
5. sstype = 'гексагональная'; a = ini(2); c = ini(3); a2 = a * a; a3 = a2
   * a; ic2 = 1 / (c * c);
6.a2c075 = 0.75 * a2 * ic2; a234 = 4 / (3 * a2); case 2
7.sstype = 'кубическая'; a = ini(2); ia2 = 1 / (a * a); case 3; sstype =
   'моноклинная';
```

```

8. a = ini(2); b = ini(3); c = ini(4); beta = ini(5); beta = beta * (pi /
    180);
9. sin_beta = sin(beta); sin2_beta = sin_beta * sin_beta; cos_beta =
    cos(beta);
10. a2 = a * a; b2 = b * b; c2 = c * c; ia2 = 1 / a2; ib2 = 1 / b2; ic2 = 1
    / c2;
11. cos_beta_ac = cos_beta / (a * c); cos_beta_ac_2 = 2 * cos_beta_ac;
12. sin2_beta_b2 = sin2_beta * ib2; ia2_sin2_beta = 1 / (a2 *
    sin2_beta);
13. ic2_sin2_beta = 1 / (c2 * sin2_beta);
14. cos_beta_ac_2_sin2_beta = cos_beta_ac_2 / sin2_beta;
15. case 4
16. sstype = 'ромбическая'; a = ini(2); b = ini(3); c = ini(4); a2 = a * a;
    b2 = b * b;
17. c2 = c * c; ia2 = 1 / a2; ib2 = 1 / b2; ic2 = 1 / c2;
18. case 5

```

#### *Продолжение приложения 1*

```

19. sstype = 'тетрагональная'; a = ini(2); c = ini(3); a2 = a * a; c2 = c
    * c; ia2 = 1 / a2;
20. ic2 = 1 / c2; end; end; param = 0;
21. s0 = '        Функция вычисления индексов Миллера';
22. disp([s0]); if fid ~= -1
23. s1 = 'Текущие параметры расчета\n';
24. s2 = sprintf(['Тип системы - ', sstype, '\n']);
25. switch stype
26. case 1
27. s3 = sprintf('Значение параметра a = %3.4f ангстрем\n', a);
28. s4 = sprintf('Значение параметра c = %3.4f ангстрем\n', c);
29. s5 = "; s6 = "; case 2
30. s3 = sprintf('Значение параметра a = %3.4f ангстрем\n', a);
31. s4 = "; s5 = "; s6 = "; case 3;
32. s3 = sprintf('Значение параметра a = %3.4f ангстрем\n', a);

```

```

33. s4 = sprintf('Значение параметра b = %3.4f ангстрем\n', c);
34. s5 = sprintf('Значение параметра c = %3.4f ангстрем\n', a);
35. s6 = sprintf(['Значение угла по данным '
36. 'кристаллографических таблиц=%3.4f град.\n'], beta);
37. case 4
38. s3 = sprintf('Значение параметра a = %3.4f ангстрем\n', a);
39. s4 = sprintf('Значение параметра b = %3.4f ангстрем\n', c);
40. s5 = sprintf('Значение параметра c = %3.4f ангстрем\n', a);
41. s6 = "";
42. case 5
43. s3 = sprintf('Значение параметра a = %3.4f ангстрем\n', a);
44. s4 = sprintf('Значение параметра c = %3.4f ангстрем\n', c);
45. s5 = "; s6 = "; end;
46. s7 = ['Введите <1> - для продолжения работы с текущими па-
    раметрами,' ...
47. '<0> - для ввода новых параметров '];
Продолжение приложения 1
48. param = input([s1, s2, s3, s4, s5, s6, s7]);
49. if param ~= 0 && param ~= 1
50. ok = false; while ok == false
51. param = input(['Введите <1> - для продолжения работы',...
    'с текущими параметрами, <0> - для ввода новых параметров ']);
52. if param == 0 || param == 1
53. ok = true;
54. end; end; end; end;
55. if param == 0
56. s2 = 'Задайте с помощью клавиатуры тип ситемы:\n';
57. s3 = '<1> - гексагональная система\n';
58. s4 = '<2> - кубическая система\n';
59. s5 = '<3> - моноклинная система\n';
60. s6 = '<4> - ромбическая система\n';
61. s7 = '<5> - тетрагональная система\n';

```

```

62. s8 = 'Тип системы: ';
63. stype = input([s2, s3, s4, s5, s6, s7, s8]);
64. if stype < 1 | stype > 5
65. ok = false;
66. while ok == false
67. stype = input(['Необходимо ввести число от 1 до 5.\n', s8]);
68. if stype >= 1 & stype <= 5
69. ok = true; end; end; end;
70. switch stype
71. case 1
72. sstype = 'гексагональная система';
73. a = input('Введите(в ангстремах)значение параметра a = ');
74. c = input('Введите(в ангстремах)значение параметра c = ');
75. a2 = a * a; a3 = a2 * a; ic2 = 1 / (c * c); a2c075 = 0.75 * a2 * ic2;
76. a234 = 4 / (3 * a2);
77. case 2
Продолжение приложения 1
78. sstype = 'кубическая система';
79. a = input('Введите(в ангстремах)значение параметра a = ');
80. ia2 = 1 / (a * a);
81. case 3;
82. sstype = 'моноклинная система';
83. a = input('Введите(в ангстремах)значение параметра a = ');
84. b = input('Введите(в ангстремах)значение параметра b = ');
85. c = input('Введите(в ангстремах)значение параметра c = ');
86. beta = input(['Введите значение угла по данным',...
    'кристаллографических таблиц (в градусах) = ']);
87. beta = beta * (pi / 180);
88. sin_beta = sin(beta);
89. sin2_beta = sin_beta * sin_beta;
90. cos_beta = cos(beta);

```

```

91. a2 = a * a; b2 = b * b; c2 = c * c; ia2 = 1 / a2; ib2 = 1 / b2; ic2 = 1
    / c2;
92. cos_beta_ac = cos_beta / (a * c); cos_beta_ac_2 = 2 * cos_beta_ac;
93. sin2_beta_b2 = sin2_beta * ib2; ia2_sin2_beta = 1 / (a2 *
    sin2_beta);
94. ic2_sin2_beta = 1 / (c2 * sin2_beta);
95. cos_beta_ac_2_sin2_beta = cos_beta_ac_2 / sin2_beta;
96. case 4
97. sstype = 'ромбическая система';
98. a = input('Введите(в ангстремах)значение параметра a = ');
99. b = input('Введите(в ангстремах)значение параметра b = ');
100. c = input('Введите(в ангстремах)значение параметра c = ');
101. a2 = a * a; b2 = b * b; c2 = c * c; ia2 = 1 / a2; ib2 = 1 / b2; ic2 =
    1 / c2;
102. case 5
103. sstype = 'тетрагональная система';
104. a = input('Введите(в ангстремах)значение параметра a = ');
Продолжение приложения 1
105. c = input('Введите(в ангстремах)значение параметра c = ');
106. a2 = a * a; c2 = c * c; ia2 = 1 / a2; ic2 = 1 / c2; end; end;
107. phi_init = input('Введите значение угла между плоскостями
    (в градусах): ');
108. dphi = input(['Введите максимальное отклонение значения
    угла',...
    'между плоскостями (в градусах): ']);
109. dphi = abs(dphi);
110. imin = input('Введите минимальное возможное значение ин-
    дексов Миллера: ');
111. imax = input('Введите максимальное возможное значение
    индексов Миллера: ');

```

```

112. d_min_max = input(['Задать ограничение для межплоскост-
    ных',...
    'расстояний d : <1> - Да, <0> - Нет ? ']);
113. if d_min_max ~= 0 && d_min_max ~= 1
114. ok = false;
115. while ok == false
116. d_min_max = input(['Задать ограничение для межплоскост-
    ных',...
    'расстояний d : <1> - Да, <0> - Нет ? ']);
117. if d_min_max == 0 || d_min_max == 1
118. ok = true; end; end; end;
119. if (d_min_max == 1)
120. dmin = input('Введите минимальное возможное значение для
    d : ');
121. dmax = input('Введите максимальное возможное значение
    для d : ');
122. end;
123. fout = input('Записать результаты расчета в файл: <1> - Да,
    <0> - Нет ? ');
Продолжение приложения 1
124. if fout ~= 0 && fout ~= 1
125. ok = false;
126. while ok == false
127. fout = input('Записать результаты расчета в файл: <1> - Да,
    <0> - Нет ? ');
128. if fout == 0 || fout == 1
129. ok = true; end; end; end;
130. h1_min = imin; h1_max = imax; k1_min = imin; k1_max =
    imax; l1_min = imin;
131. l1_max = imax;
132. h2_min = imin; h2_max = imax; k2_min = imin; k2_max =
    imax; l2_min = imin;

```



```

133. l2_max = imax;
134. phi_min = phi_init - dphi;
135. phi_max = phi_init + dphi;
136. RAD2GRAD = 180 / pi;
137. %erase data
138. data = zeros(1,1);
139. n = 0;
140. for h1=h1_min:h1_max
141. for k1=k1_min:k1_max
142. for l1=l1_min:l1_max
143. for h2=h2_min:h2_max
144. for k2=k2_min:k2_max
145. for l2=l2_min:l2_max
146. switch stype
147. case 1 % гексагональная система
148. numerator = h1 * h2 + k1 * k2 + 0.5 * (h1 * k2 + h2 * k1) + l1 *
    l2 * a2c075;
149. denominator = sqrt((h1 * h1 + k1 * k1 + h1 * k1 + l1 * l1 *
    a2c075) *...

```

*Продолжение приложения 1*

```

150. (h2 * h2 + k2 * k2 + h2 * k2 + l2 * l2 * a2c075));
151. case 2 % кубическая система
152. numerator = h1 * h2 + k1 * k2 + l1 * l2;
153. denominator = sqrt((h1 * h1 + k1 * k1 + l1 * l1) * (h2 * h2 + k2
    * k2 + l2 * l2));
154. case 3 % моноклиная система
155. numerator = h1 * h2 * ia2 + k1 * k2 * sin2_beta_b2 + l1 * l2 *
    ic2 -...
    (l1 * h2 + l2 * h1) * cos_beta_ac;
156. denominator = sqrt((h1 * h1 * ia2 + k1 * k1 * sin2_beta_b2 + l1
    * l1 * ic2 -...
    h1 * l1 * cos_beta_ac_2) * (h2 * h2 * ia2 + k2 * k2 * sin2_beta_b2

```

```

+...
l2 * l2 * ic2 - h2 * l2 * cos_beta_ac_2));
157. case 4 % ромбическая система
158. numerator = h1 * h2 * ia2 + k1 * k2 * ib2 + l1 * l2 * ic2;
159. denominator = sqrt((h1 * h1 * ia2 + k1 * k1 * ib2 + l1 * l1 * ic2)
*...
(h2 * h2 * ia2 + k2 * k2 * ib2 + l2 * l2 * ic2));
160. case 5 % тетрагональная система
161. numerator = (h1 * h2 + k1 * k2) * ia2 + l1 * l2 * ic2;
162. denominator = sqrt(((h1 * h1 + k1 * k1) * ia2 + l1 * l1 * ic2)
*...
((h2 * h2 + k2 * k2) * ia2 + l2 * l2 * ic2)));
163. end;
164. if denominator == 0
165. phi = 0;
166. elseif numerator == 0 & denominator ~= 0
167. phi = sign(denominator) * (pi / 2);
168. else
169. phi = acos( numerator / denominator );
Продолжение приложения 1
170. end;
171. phi = phi * RAD2GRAD;
172. if ((phi >= phi_min) & (phi <= phi_max))
173. n = n + 1;
174. data(n,1) = phi;
175. data(n,2) = h1; data(n,3) = k1; data(n,4) = l1;
176. data(n,5) = h2; data(n,6) = k2; data(n,7) = l2;
177. end; end; end; end; end; end; end;
178. %-----remove duplicates
179. index_remove = zeros(1,n);
180. for i=1:n
181. if (index_remove(i) == 0)

```

```

182. for j=i+1:n
183. if (index_remove(j) == 0)
184. [first, second] = extra_line (...
185. data(i,2),data(i,3), data(i,4),data(i,5),...
186. data(i,6),data(i,7), data(j,2),data(j,3),...
187. data(j,4),data(j,5),data(j,6),data(j,7));
188. if second == true
189. index_remove(j) = 1;
190. end;
191. if first == true
192. index_remove(i) = 1;
193. break; end; end; end; end; end; end;
194. % erase data_out
195. data_out = zeros(1,1);
196. n_out = 0;
197. for i=1:n
198. if (index_remove(i) == 0)
199. n_out = n_out + 1;
200. data_out(n_out,1) = data(i,1);
Продолжение приложения 1
201. data_out(n_out,2) = data(i,2);
202. data_out(n_out,3) = data(i,3);
203. data_out(n_out,4) = data(i,4);
204. data_out(n_out,5) = data(i,5);
205. data_out(n_out,6) = data(i,6);
206. data_out(n_out,7) = data(i,7); end; end;
207. for i=1:n_out
208. sum = 0;
209. for j=5:7
210. sum = sum + data_out(i,j) * data_out(i,j);
211. end;
212. data_out(i,9) = data_out(i,1);

```

```

213. data_out(i,1) = sum;
214. end;
215. [temp, ix] = sort(data_out, 1);
216. temp = data_out;
217. for i = 1:n_out
218. data_out(i,:) = temp(ix(i,:),);
219. tmp = data_out(i,1);
220. data_out(i,1) = data_out(i,9);
221. data_out(i,9) = tmp;
222. end
223. for i=1:n_out
224. sum = 0;
225. for j=2:4
226. sum = sum + data_out(i,j) * data_out(i,j);
227. end;
228. data_out(i,8) = data_out(i,1);
229. data_out(i,1) = sum;
230. end;
231. [temp, ix] = sort(data_out, 1);

```

*Продолжение приложения 1*

```

232. temp = data_out;
233. for i = 1:n_out
234. data_out(i,:) = temp(ix(i,:),);
235. tmp = data_out(i,1);
236. data_out(i,1) = data_out(i,8);
237. data_out(i,8) = tmp;
238. end;
239. for i = 1:n_out
240. switch stype
241. case 1 % гексагональная система
242. h = data_out(i,2); k = data_out(i,3); l = data_out(i,4);
243. d1 = 1 / sqrt((h * h + h * k + k * k) * a234 + l * l * ic2);

```

244.  $h = \text{data\_out}(i,5); k = \text{data\_out}(i,6); l = \text{data\_out}(i,7);$   
 245.  $d2 = 1 / \sqrt{(h * h + h * k + k * k) * a234 + l * l * ic2);}$   
 246. case 2 % кубическая система  
 247.  $h = \text{data\_out}(i,2); k = \text{data\_out}(i,3); l = \text{data\_out}(i,4);$   
 248.  $d1 = 1 / \sqrt{(h * h + k * k + l * l) * ia2);}$   
 249.  $h = \text{data\_out}(i,5); k = \text{data\_out}(i,6); l = \text{data\_out}(i,7);$   
 250.  $d2 = 1 / \sqrt{(h * h + k * k + l * l) * ia2);}$   
 251. case 3 % моноклинная система  
 252.  $h = \text{data\_out}(i,2); k = \text{data\_out}(i,3); l = \text{data\_out}(i,4);$   
 253.  $d1 = 1 / \sqrt{(h * h * ia2\_sin2\_beta + k * k * ib2 + l * l * ic2\_sin2\_beta - ...$   
      $h * l * \cos\_beta\_ac\_2\_sin2\_beta));}$   
 254.  $h = \text{data\_out}(i,5); k = \text{data\_out}(i,6); l = \text{data\_out}(i,7);$   
 255.  $d2 = 1 / \sqrt{(h * h * ia2\_sin2\_beta + k * k * ib2 + l * l * ic2\_sin2\_beta - ...$   
      $h * l * \cos\_beta\_ac\_2\_sin2\_beta));}$   
 256. case 4 % ромбическая система  
 257.  $h = \text{data\_out}(i,2); k = \text{data\_out}(i,3); l = \text{data\_out}(i,4);$   
 258.  $d1 = 1 / \sqrt{(h * h * ia2 + k * k * ib2 + l * l * ic2);}$   
*Продолжение приложения 1*  
 259.  $h = \text{data\_out}(i,5); k = \text{data\_out}(i,6); l = \text{data\_out}(i,7);$   
 260.  $d2 = 1 / \sqrt{(h * h * ia2 + k * k * ib2 + l * l * ic2);}$   
 261. case 5 % тетрагональная система  
 262.  $h = \text{data\_out}(i,2); k = \text{data\_out}(i,3); l = \text{data\_out}(i,4);$   
 263.  $d1 = 1 / \sqrt{(h * h + k * k) * ia2 + l * l * ic2);}$   
 264.  $h = \text{data\_out}(i,5); k = \text{data\_out}(i,6); l = \text{data\_out}(i,7);$   
 265.  $d2 = 1 / \sqrt{(h * h + k * k) * ia2 + l * l * ic2);}$   
 266. end;  
 267.  $\text{data\_out}(i,10) = \text{data\_out}(i,9);$   
 268.  $\text{data\_out}(i,9) = \text{data\_out}(i,8);$   
 269.  $\text{data\_out}(i,8) = \text{data\_out}(i,7);$   
 270.  $\text{data\_out}(i,7) = \text{data\_out}(i,6);$

```

271. data_out(i,6) = data_out(i,5);
272. data_out(i,5) = d1;
273. data_out(i,11) = data_out(i,10);
274. data_out(i,10) = data_out(i,9);
275. data_out(i,9) = d2;
276. end; kk = 1; m = 0;
277. if d_min_max == 1
278. temp = data_out;
279. for i = 1:n_out
280. if ((temp(i,5) >= dmin) & (temp(i,5) <= dmax)) &...
    ((temp(i,9) >= dmin) & (temp(i,9) <= dmax))
281. data_out(kk,:) = temp(i,:);
282. kk = kk + 1;
283. end; end;
284. m = size(data_out);
285. n_out = m(2);
286. end;
287. %-----output data
288. %-----console
Продолжение приложения 1
289. if n_out > 0
290. s = '-----
    -----';
291. s1 = sprintf('%55s', ['Индексы Миллера, ', sstype, ' система']);
292. s2 = sprintf('%8s \t %4s %4s %4s %8s\t %4s %4s %4s %8s\t
    %4s %4s', 'угол',...
    '(h1', 'k1', 'l1)', 'd1', '(h2', 'k2', 'l2)', 'd2', 'СКИ1', 'СКИ2');
293. result = strvcats(s1, s, s2, s);
294. i = 1;
295. while i <= n_out
296. result = strvcats(result, sprintf(...

```

```

297. '%8.2f\t %4d %4d %4d %8.3f\t %4d %4d %4d %8.3f\t %4d
    %4d',...
    data_out(i,:));
298. q = data_out(i,10);
299. j = i + 1;
300. while j <= n_out && q == data_out(j,10)
301. result = strvcat(result, sprintf(...
    '%8.2f\t %4d %4d %4d %8.3f\t %4d %4d %4d %8.3f\t %4d
    %4d',...
    data_out(j,:)));
302. j = j + 1;
303. end;
304. result = strvcat(result, s);
305. i = j;
306. end;
307. result
308. else
309. s = '-----
    -----';
310. s1 = sprintf('%55s', ['Индексы Миллера, ', sstype, ' система']);
Продолжение приложения 1
311. s2 = sprintf('%8s\t %4s %4s %4s %8s\t %4s %4s %4s %8s\t
    %4s %4s',...
    'угол', (h1', 'k1', 'l1)', 'd1', (h2', 'k2', 'l2)', 'd2', 'СКИ1', 'СКИ2');
312. end;
313. %-----file
314. [fid, message] = fopen('fimiller.ini','w');
315. fprintf(fid,'%1.0f\n', stype);
316. switch stype
317. case 1
318. fprintf(fid,'%8.4f\n', a); fprintf(fid,'%8.4f\n', c);
319. case 2

```

```

320. fprintf(fid,'%8.4f\n', a);
321. case 3;
322. fprintf(fid,'%8.4f\n', a); fprintf(fid,'%8.4f\n', b);
323. fprintf(fid,'%8.4f\n', c); fprintf(fid,'%8.4f\n', beta * (180 / pi));
324. case 4
325. fprintf(fid,'%8.4f\n', a); fprintf(fid,'%8.4f\n', b);
326. fprintf(fid,'%8.4f\n', c);
327. case 5
328. fprintf(fid,'%8.4f\n', a); fprintf(fid,'%8.4f\n', c);
329. end;
330. fclose(fid);
331. if ((n_out > 0) & (fout == 1))
332. [fid, message] = fopen('fimiller_out.txt','w');
333. fprintf(fid,'%8s \t %4s %4s %4s %8s\t %4s %4s %4s %8s\t %4s
    %4s\n',...
    'угол', 'h1', 'k1', 'l1', 'd1', 'h2', 'k2', 'l2', 'd2', 'СКИ1', 'СКИ2');
334. fprintf(fid,'%8.2f \t %4d %4d %4d %8.3f\t %4d %4d %4d
    %8.3f\t %4d %4d\n',...
    data_out');
335. fclose(fid);
Продолжение приложения 1
336. end;
337. %-----function
338. function [first, second] = extra_line(h1, k1, l1, h2, k2, l2, h3,
    k3, l3, h4, k4, l4)
339. first = false;
340. second = false;
341. if h1 == 0 & k1 == 0 & l1 == 0
342. first = true;
343. elseif h2 == 0 & k2 == 0 & l2 == 0
344. first = true;
345. end;

```



```

346. if h3 == 0 & k3 == 0 & l3 == 0
347. second = true;
348. elseif h4 == 0 & k4 == 0 & l4 == 0
349. second = true;
350. end;
351. if first | second
352. return
353. end;
354. mh13 = divide(h1, h3); mk13 = divide(k1, k3);
355. ml13 = divide(l1, l3); mh24 = divide(h2, h4);
356. mk24 = divide(k2, k4); ml24 = divide(l2, l4);
357. if h1 == 0 & h3 == 0 & mk13 == ml13
358. mh13 = mk13;
359. elseif k1 == 0 & k3 == 0 & mh13 == ml13
360. mk13 = mh13;
361. elseif l1 == 0 & l3 == 0 & mh13 == mk13
362. ml13 = mk13;
363. elseif h1 == 0 & h3 == 0 & k1 == 0 & k3 == 0
364. mh13 = ml13; mk13 = ml13;
365. elseif h1 == 0 & h3 == 0 & l1 == 0 & l3 == 0

```

*Продолжение приложения 1*

```

366. mh13 = mk13; ml13 = mk13;
367. elseif k1 == 0 & k3 == 0 & l1 == 0 & l3 == 0
368. mk13 = mh13; ml13 = mh13;
369. end;
370. if h2 == 0 & h4 == 0 & mk24 == ml24
371. mh24 = mk24;
372. elseif k2 == 0 & k4 == 0 & mh24 == ml24
373. mk24 = mh24;
374. elseif l2 == 0 & l4 == 0 & mh24 == mk24
375. ml24 = mk24;
376. elseif h2 == 0 & h4 == 0 & k2 == 0 & k4 == 0

```

```

377. mh24 = ml24; mk24 = ml24;
378. elseif h2 == 0 & h4 == 0 & l2 == 0 & l4 == 0
379. mh24 = mk24; ml24 = mk24;
380. elseif k2 == 0 & k4 == 0 & l2 == 0 & l4 == 0
381. mk24 = mh24; ml24 = mh24;
382. end;
383. if (mh13 == mk13 & mk13 == ml13) & (mh24 == mk24 &
    mk24 == ml24) &...
    (sign(mh13) == sign(mh24))
384. if (mh13 * mh24) > 1
385. first = true;
386. else
387. second = true;
388. end;
389. return;
390. end;
391. mh14 = divide(h1, h4); mk14 = divide(k1, k4);
392. ml14 = divide(l1, l4); mh23 = divide(h2, h3);
393. mk23 = divide(k2, k3); ml23 = divide(l2, l3);
394. if h1 == 0 & h4 == 0 & mk14 == ml14

```

*Продолжение приложения 1*

```

395. mh14 = mk14;
396. elseif k1 == 0 & k4 == 0 & mh14 == ml14
397. mk14 = mh14;
398. elseif l1 == 0 & l4 == 0 & mh14 == mk14
399. ml14 = mk14;
400. elseif h1 == 0 & h4 == 0 && k1 == 0 & k4 == 0
401. mh14 = ml14; mk14 = ml14;
402. elseif h1 == 0 & h4 == 0 & l1 == 0 & l4 == 0
403. mh14 = mk14; ml14 = mk14;
404. elseif k1 == 0 & k4 == 0 & l1 == 0 & l4 == 0
405. mk14 = mh14; ml14 = mh14;

```

```

406. end;
407. if h2 == 0 & h3 == 0 & mk23 == ml23
408. mh23 = mk23;
409. elseif k2 == 0 & k3 == 0 & mh23 == ml23
410. mk23 = mh23;
411. elseif l2 == 0 & l3 == 0 & mh23 == mk23
412. ml23 = mk23;
413. elseif h2 == 0 & h3 == 0 & k2 == 0 & k3 == 0
414. mh23 = ml23; mk23 = ml23;
415. elseif h2 == 0 & h3 == 0 & l2 == 0 & l3 == 0
416. mh23 = mk23; ml23 = mk23;
417. elseif k2 == 0 & k3 == 0 & l2 == 0 & l3 == 0
418. mk23 = mh23; ml23 = mh23;
419. end;
420. if (mh23 == mk23 & mk23 == ml23) & (mh14 == mk14 &
    mk14 == ml14) &...
    (sign(mh23) == sign(mh14))
421. if (mh23 * mh14) > 1
422. rst = true;
423. second = true; end; return; end;
Окончание приложения 1
424. function z = divide(x, y)
425. if y == 0
426. z = sign(x) * Inf;
427. else
428. z = x / y;
429. end;

```

## **Приложение 2**

### **к лабораторной работе 7**

#### **П.2.1. Некоторые функции анализа данных в системе MATLAB**

Наблюдаемые значения  $x_i$  в системе MATLAB можно представить в виде вектора-строки  $X=[x_1, x_2, \dots, x_i]$ . Рассмотрим некоторые статистические функции системы MATLAB и результаты, возвращаемые ими на примере двух векторов-строк X1 и X2.

$X1 = [35, 40, 45, 55, 50, 20, 15, 30, 25].$

$X2 = [35\ 40\ 40\ 30\ 30\ 30\ 30\ 30\ 30\ 30\ 40\ 40\ 40\ 15\ 15\ 15\ 15\ 15\ 20\ 20\ 20\ 20\ 20\ 20\ 20\ 20\ 20\ 20\ 20\ 25\ 25\ 25\ 25\ 25\ 25\ 25\ 25\ 40\ 40\ 40]$

40 40 40 40 40 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25 30 30 30 30 30  
 30  
 30 35 35 35 35  
 35  
 35 35 35 35 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 35 35 35 35 35 35 35 35  
 35  
 35  
 40  
 40  
 35 35 35 35 35 35 35 35 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40 40  
 40 40 40 40 40 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 30 30 30 30 30 30 30  
 30 30 30 30 30 30 30 30 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45 45  
 45 50 50 50 25 25 25 25 35 35 35 35 35 35 35 35 25 25 25 25 25 25 25 25  
 50 50 50 50 50 50 50 55 55 55 55 40 35 35 35 35 40 40 40 40 40 40 40 40]

#### П.2.1.1. Упорядочение элементов вектора X1

а) Упорядочение по убыванию. Для этого используется команда “**-sort(X1)**”. В командном окне пакета MATLAB вводим:

```
>> X1=[35 40 45 55 50 20 15 30 25];
```

```
>> -sort(X1)
```

После нажатия клавиши “Enter” получаем ответ (“ans =”) в виде вектора строки:     ans =   55   50   45   40   35   30   25   20   15

#### *Продолжение приложения 2*

б) Упорядочение по возрастанию (создание вариационного ряда). Для этого используется команда “**sort(X1)**”. Результатом применения этой команды является вектор – строка:     [15 20 25 30 35 40 45 50 55].

П.2.1.2а. Определение числа элементов (длины) вектора X1 (определение объема выборки). Для этого используется команда “**length(X1)**”. Результатом применения этой команды является число 9.

П. 2.1.2б. Определение размера массива (числа строк и столбцов). Для этого используется команда “**size**”. Для вектора-строки (X1) форма записи “**size(X1)**”. Результат применения этой команды:

```
ans =     1     9
```

Это означает, что число строк массива ( $X_1$ ) равно 1, а число столбцов равно 9.

П.2.1.3. Определение суммы элементов вектора  $X$ . Для этого используется команда “**sum( $X_1$ )**”. Результатом применения этой команды является число 315.

П.2.1.4. Определение произведения элементов вектора  $X_1$ . Для этого используется команда “**prod( $X_1$ )**”. Результатом применения этой команды является число  $3,898125 \cdot 10^{13}$ .

П.2.1.5. Нахождение минимального и максимального значения среди элементов вектора  $X_1$ .

а) Минимальное значение находится посредством команды “**min( $X_1$ )**”. Результатом ее применения является число 15.

б) Максимальное значение находится посредством команды “**max( $X_1$ )**”. Результатом ее применения является число 55.

П.2.1.6. Нахождение медианы вариационного ряда, составленного из элементов вектора  $X_1$ . Для этого используется команда “**median( $X_1$ )**”. Результатом применения этой команды является число 35.

П.2.1.7. Нахождение среднего арифметического значения из элементов вектора  $X_1$ . Для этого используется команда “**mean( $X_1$ )**”. Результатом применения этой команды является число 35.

### *Продолжение приложения 2*

П.2.1.8а. Нахождение выборочной дисперсии  $D_v$  из элементов вектора  $X_1$ . Для этого используется команда “**var( $X_1$ , 1)**”. Результатом применения этой команды является число 166,667.

П.2.1.8б. Нахождение исправленной дисперсии  $s^2$  из элементов вектора  $X_1$  (согласно соотношению (7.3, в)). Для этого используется команда “**var( $X_1$ , 0)**” или “**var( $X_1$ )**”. Результатом применения этой команды является число 187,500.

П.2.1.9а. Нахождение выборочного среднего квадратического отклонения  $\sigma_v$  из элементов вектора  $X_1$  (согласно соотношению (7.4, а)).

Для этого используется команда “**std(X1, 1)**”. Результатом применения этой команды является число 12,910.

П.2.1.96. Нахождение исправленного среднего квадратического отклонения  $s$  из элементов вектора  $X1$  (согласно соотношению (7.4, б)). Для этого используется команда “**std(X1, 0)**” или “**std(X1)**”. Результатом применения этих команд является число 13,693.

П.2.1.10. Нахождение моды. В качестве примера рассмотрим вектор-строку **X2**, элементы которого повторяются с разными частотами, которые представлены в табл.1. Для этого можно использовать команду “**mode(X2)**”. Результатом применения этой команд будет число 30, которое среди элементов вектора  $X2$  имеет наибольшую частоту. Для одновременного определения моды  $M$  и ее частоты  $n$  следует выполнить команду “[**M, n**]=**mode(X2)**”. Результатом применения этой команды будет ответ:  $M=30, n=74$ .

П.2.1.11. Построение статистического распределения выборки. В отличие от предыдущих примеров, в MATLAB подобной встроенной команды нет. Восполнить пробел позволяет файл-функция под именем “**elem\_freq**”. Пусть варианты выборки представлены элементами вектор-строки  $X2$ . Форма записи следующая: [**x,n,W**] = **elem\_freq(X2)**. Файл-функция возвращает вектор-строку  $x$  (элементы выборки), вектор-строку

### *Продолжение приложения 2*

$n$  (частоты) и вектор-строку  $W$  (относительные частоты), что соответствует содержанию табл. П.2.1:

Таблица П.2.1

$x =$									
15	20	25	30	35	40	45	50	55	
$n =$									
6	13	38	74	106	85	30	10	4	
$W =$									

0,0164 0,0355 0,1038 0,2022 0,2896 0,2322 0,0820 0,0273  
0,0109

Листинг программы `elem_freq` приведен в П.3.1 приложения 3.

П.2.1.12а. Построение полигона частот по известному статистическому распределению выборки. В качестве примера возьмем вариационный ряд (лаб. 7, табл. 7.1). Варианты (наблюдаемые значения) зададим вектором-строкой  $x$ , а частоты – вектором-строкой  $n$ . Для построения графика в декартовой системе координат используем команду **“plot”**. Пример использования команды `plot`:

```
x = [15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55];  
n = [6, 13, 38, 74, 106, 85, 30, 10, 4];  
plot(x,n,'-ok');  
grid on
```

Результат исполнения этих команд представлен на рис. П.1. Последовательность символов `'-ok'` предписывает построение графика сплошной линией (символ `“-”`), кружками (символ `“o”`) черного цвета (символ `“k”`). Последняя команда `“grid on”` выводит в поле рисунка координатную сетку.



Рис. П.2.1. Полигон частот вариационного ряда лаб. 7, табл. 7.1



П.2.1.126. Построение полигона частот по элементам вектора-строки. В качестве примера используем вектор-строку X2. Форма записи следующая:

```
[x,n,W]=elem_freq(X2);  
plot(x,n,'-ok');  
grid on
```

Результат исполнения этих команд тождественен результату пункта П.2.1.12а и представлен на рис. П.2.1. Аналогично строится и полигон относительных частот. Для этого достаточно команду “plot(x,n,'-ok')” заменить командой “plot(x,W,'-ok')”.

П.2.1.13. Нахождение центральных эмпирических моментов порядка  $k$  (формула (7.10)). Для этого используется команда “**moment(X, order)**”, где под X подразумевается вектор (или матрица) а order есть порядок  $k$  центрального эмпирического момента. Например, результатом применения этой команды к элементам вектора X2 при  $k=3$  будет число -40,3884, а при  $k=2$  - число 54,4179, равное выборочной дисперсии  $D_v$  элементов вектора X2 (формула (7.3, б)). Как уже было отмечено

*Продолжение приложения 2*

выше, центральный эмпирический момент второго порядка равен выборочной дисперсии.

П.2.1.14. Нахождение асимметрии эмпирического распределения (формула (7.14)). Используется команда “**skewness(X)**”. Применение этой команды к элементам вектора X2 (в командном окне следует набрать “skewness(X2)”) даст число -0.1006.

П.2.1.15. Нахождение эксцесса эмпирического распределения. Для этого MATLAB использует команду “**kurtosis(X)**”, которая вычис-

ляет эксцесс согласно соотношению  $e_k = \frac{m_4}{\sigma_v^4}$ , которое на 3 превышает

значение, вычисленное по формуле (7.15). Применение этой команды к элементам вектора X2 (в командном окне следует набрать “kurtosis(X2)”) даст число 3.2433. Для вычисления эксцесса по формуле (7.15) в командном окне MATLAB следует набрать “kurtosis(X2)-3”, что даст число 0.2433.

П.2.1.16. Построение гистограммы частот элементов вектора-строки. Команда “**hist(X, nbins)**” строит гистограмму частот элементов вектора-строки X. Число частичных интервалов (число “бинов”) задается величиной “nbins”. Если эта величина не указана, то число бинов по умолчанию будет равно 10 (команда “**hist(X)**”). В качестве примера построим гистограмму частот элементов вектора X2, используя 5 частичных интервалов (nbins = 5). Для этого в командном окне следует набрать “hist (X2, 5)”. Результат исполнения команды показан на рис. П.2.2.

Сопоставим полученный результат с данными (лаб. 7, табл. 7.2). Нетрудно видеть, что по оси абсцисс гистограммы отложены величины, соответствующие серединам частичных интервалов  $x_i^*$  (второй столбец таблицы). По оси ординат отложена величина, соответствующая сумме частот вариант частичного интервала  $n_i$  (третий столбец таблицы).

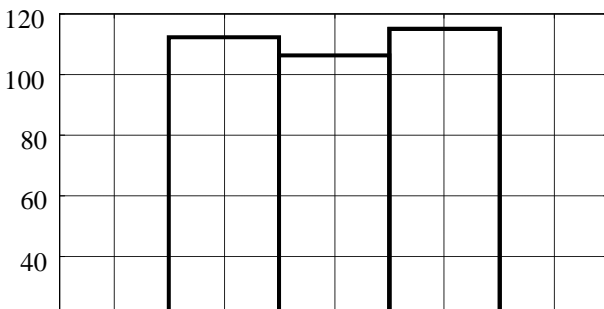
Определим вектор-строку  $x_i$ , элементами которого являются середины частичных интервалов  $x_i^*$  и вектор-строку  $n_i$ , элементами кото-

#### *Продолжение приложения 2*

рого являются суммы частот вариант частичных интервала  $n_i$ . Для этого в командном окне следует набрать “[ni,xi]=hist (X2, 5)”. Результат исполнения этой команды будет следующий:

```
ni =    19  112  106  115   14
xi =    19   27   35   43   51
```

Это совпадает соответственно с данными столбцов 3 и 2 (лаб. 7, табл. 7.2).



П.2.1.17. Построение гистограммы плотностей частот элементов вектора-строки. Для этого следует использовать команды “**ecdf(X)**” (empirical cumulative distribution function) и “**ecdfhist**” (empirical cumulative distribution function histogram). Информацию об этих функциях студентам предлагается получить самостоятельно, используя справочную систему MATLAB. Для этого в командной строке следует набрать “**doc ecdf**” или “**doc ecdfhist**” Нижеприведенный набор команд строит гистограмму плотностей частот элементов вектора-строки X2 с использованием 5 частичных интервалов (nbins =5).

```
[fi, xi]=ecdf(X2);
```

*Продолжение приложения 2*

```
fi=fi*length(X2);
```

```
nbins = 5;
```

```
ecdfhist(fi, xi, nbins);
```

```
grid on
```

```
[fi, xi]=ecdfhist(fi, xi, nbins)
```

В результате исполнения этих команд будет построен график, подобный графику, приведенному на рис. П.2.2 с той разницей, что по оси ординат откладываются плотности частот  $f_i$  элементов вектора-

строки X2, а не сами частоты  $n_i$ . Кроме того, в результате выполнения команды “[fi, xi]=ecdfhist(fi, xi, nbins)” будут возвращены численные значения плотности частот  $f_i$  и середин частичных интервалов  $x_i^*$  (которые приведены в четвертом и втором столбцах (лаб. 7, табл. 7.2)):

fi =	2,3750	14,0000	13,2500	14,3750	1,7500
xi =	19	27	35	43	51

П.2.1.18. Построение нормальной кривой по опытным данным. Будем считать, что выборочная совокупность (выборка) представлена элементами вектора-строки X2. Выравнивающие (теоретические) частоты  $n'_i$  будем находить по формуле (7.12). Для этого целесообразно использовать стандартную MATLAB-функцию “**normpdf**” (normal probability density function),  $y=\text{normpdf}(X, \mu, \sigma)$ , где  $\mu$  есть выборочное среднее  $\bar{x}_v$  (7.2a), а  $\sigma$  есть выборочное среднее квадратическое отклонение  $\sigma_v$  (7.4a). Напомним, что  $\mu$  находится командой “**mean(X2)**”, а  $\sigma$  находится командой “**std(X2, 1)**”. В результате применения функции normpdf будут вычислены значения  $y_i$  по формуле:

$$y_i = \frac{1}{\sigma_v \sqrt{2\pi}} \exp \left[ -\frac{(x_i - \bar{x}_v)^2}{2\sigma_v^2} \right],$$

Которые, согласно (7.12), следует еще умножить на  $nh$ . Объем выборки  $n$  находится командой “**length(X2)**”. Ширину интервала  $h$  при заданном числе частичных интервалов  $k$  ( $\text{nbins} = k$ ) вычислим согласно (7.13). Записать

#### *Продолжение приложения 2*

это можно в следующем виде: “**h = ((max(X2)-min(X2))/nbins)**”. Зададим изменение аргумента  $x$  от минимального до максимального значения с шагом 0.01: “**x=min(X2):0.01:max(X2)**”. Вывод графика осуществим командой “**plot(x, Y, 'k', 'LineWidth', 1.5)**”. Параметры “**'k', 'LineWidth', 1.5**” задают цвет и ширину линии. Последовательность команд:

```
nbins = 5;
h=((max(X2)-min(X2))/nbins);
x=min(X2):0.01:max(X2);
```

```
Y=h*length(X2)*normpdf(x,mean(X2),std(X2,1));
plot(x,Y,'k','LineWidth',1.5);
grid on
```

В результате выполнения этих команд будет построен график, где по оси абсцисс приведены значения аргумента  $x$ , а по оси ординат – значения выравнивающих частот  $n'_i$ .

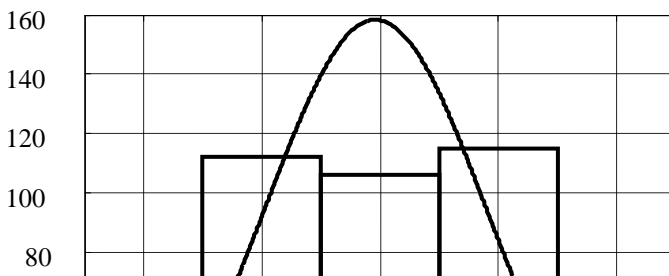
Для построения аналогичной кривой, где по оси ординат будут отложены плотности выравнивающих частот  $f'_i$ , значения, возвращаемые функцией `normpdf`, следует умножать на  $n$ , а не на  $nh$ . Итоговая форма записи следующая:

```
nbins = 5;
h=((max(X2)-min(X2))/nbins);
x=min(X2):0.01:max(X2);
Y=length(X2)*normpdf(x,mean(X2),std(X2,1));
plot(x,Y,'k','LineWidth',1.5);
grid on
```

П.2.1.19. Совместное построение гистограммы и нормальной кривой по опытным данным. Набор команд для построения гистограммы и нормальной кривой по опытным данным следующие:

```
nbins = 5;
hist (X2, nbins); hold on;
h=((max(X2)-min(X2))/nbins);
Продолжение приложения 2
x=min(X2):0.01:max(X2);
Y=h*length(X2)*normpdf(x,mean(X2), std(X2,1));
plot(x, Y, 'k', 'LineWidth', 1.5);
grid on
```

Команда “hold on” позволяет на одном графике совместить построение гистограммы и нормальной кривой. Результат исполнения этих команд представлен на рис. П.2.3.



По оси ординат на рис. П.2.3 отложены выравнивающие частоты  $n'_i$  и суммы частот вариант частичных интервалов  $n_i$  (значения, указанные в столбцах 5 и 3 (лаб. 7, табл. 7.2) соответственно). Для построения графика плотностей указанных величин (столбец шестой  $f'_i = \frac{n'_i}{h}$  и стол-

бец четвертый

*Продолжение приложения 2*

$f_i = \frac{n_i}{h}$ ) следует использовать набор команд:

```
[fi, xi]=ecdf(X2);
fi=fi*length(X2);
nbins = 5;
ecdfhist(fi, xi, nbins); hold on;
h=((max(X2)-min(X2))/nbins);
x=min(X2):0.01:max(X2);
Y=length(X2)*normpdf(x,mean(X2), std(X2,1));
```

```
plot(x, Y, 'k', 'LineWidth', 1.5);
grid on
```

В результате выполнения этих команд будет построен график, аналогичный графику, приведенному на рис. 7.1.

П.2.1.20. Вид гистограммы зависит от числа частичных интервалов (бинов). Для примеров, рассмотренных выше, число бинов равнялось 5. Однако самосогласованное их число зависит от статистического распределения выборки и определяется следующими командами:

```
[fi, xi]=ecdf(X2);
nbins=length(xi)-1
```

В результате применения этих команд получаем, что число бинов  $nbins = 9$ .

На рис. П.2.4 приведено совместное построение гистограммы и нормальной кривой, соответствующее элементам вектора-строки X2. Число бинов соответствует оптимальному значению. В данном случае оно равно 9. По оси абсцисс отложены наблюдаемые значения  $x_i$ . По оси ординат отложена плотность выравнивающей частоты  $f_i'$  (для нормальной кривой) и плотность частоты  $f_i$  (для столбцов гистограммы). График построен при выполнении следующих команд:

```
[fi, xi]=ecdf(X2);
fi=fi*length(X2);
nbins=length(xi)-1;
Продолжение приложения 2
ecdfhist(fi, xi, nbins); hold on;
x=min(X2):0.01:max(X2);
Y=length(X2)*normpdf(x,mean(X2), std(X2,1));
plot(x, Y, 'k', 'LineWidth', 1.5);
grid on
```

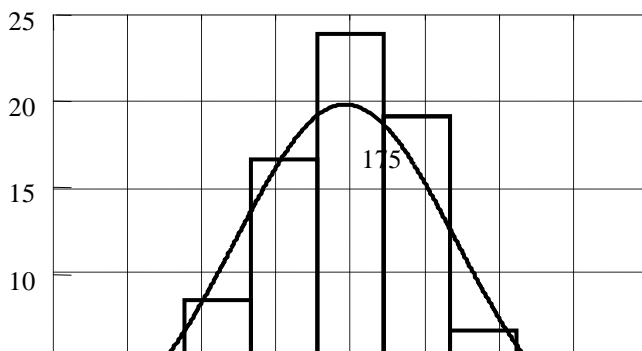


Рис. П.2.4. Совместное построение гистограммы и нормальной кривой, соответствующее элементам вектора-строки X2. По оси абсцисс отложены наблюдаемые значения  $x_i$ . По оси ординат отложена плотность выравнивающей частоты  $f_i'$  (для нормальной кривой) и плотность частоты  $f_i$  (для столбцов гистограммы)

### **П.2.2. Некоторые функции для работы с цифровыми изображениями в системе MATLAB**

Цифровые изображения формируются посредством сканирования электронно-микроскопических фотографий, отпечатанных на стекле, фотопленке или фотобумаге с последующей их записью в виде файлов в памяти компьютера. Как правило, используются полутоновые изображения

*Продолжение приложения 2*

(grayscale), содержащие пиксели с рядом оттенков серого цвета. В памяти компьютера они хранятся в виде двумерных массивов-матриц. Работать с цифровыми изображениями в системе MATLAB позволяет пакет специализированных программ “Image Processing Toolbox”.

Для работы в окне MATLAB “Command Window” файл, к которому следует обратиться, должен находиться в той папке, которая высвечена в окне “Current Folder”. Выбор требуемой папки осуществляется с помощью выпадающего меню “Обзор папок”, которое появляется после нажатия кнопки “Browse for folder”.



**Функция “*imread*”.** Для считывания графического объекта в командной строке MATLAB следует набрать команду `I = imread('filename.fmt')`, где `filename` есть имя файла, а `fmt` – его формат. Например, для считывания цифрового изображения, записанного в файле `difr.jpg`, следует выполнить команду **“`I = imread('difr.jpg')`”**. В результате ее выполнения будет сформирован двумерный массив `I`, который для данного полутонового изображения имеет размерность 6 x 11:

`I =`

```

32 34 43 63 95 134 171 193 200 177 148
30 34 44 67 101 143 181 204 209 187 158
28 33 46 72 110 155 196 220 223 201 172
27 32 47 75 116 163 206 231 233 211 182
27 32 47 75 116 163 206 231 233 211 182
28 33 46 72 110 155 196 220 223 201 172

```

Для предотвращения вывода числового массива на экран компьютера в конце команды следует ставить “;”.

**Функция “*imshow*”.** Эта функция позволяет получить изображение на экране компьютера. Выполнение команды **“`imshow(I)`”** приводит к выведению в отдельном окне изображения, записанного в файле `difr.jpg`. Его изображение приведено на рис. П.2.5. Для того чтобы уже выведенное на экран изображение не исчезало при выведении следую-

### *Продолжение приложения 2*

щего изображения, перед командой “`imshow`” следует задавать команду “`figure`” (например, **“`figure, imshow(J)`”**).

При достаточном увеличении отчетливо проявляется пиксельная структура цифрового изображения. Изображение, приведенное на рис. П.2.5, состоит из  $6 \times 11 = 66$  пикселей, что соответствует числу элементов числового массива `I`. Число строк массива `I` определяет размер изображения по вертикали, а число столбцов – размер изображения по горизонтали.

Каждому элементу массива  $I$  соответствует определенный пиксель изображения. Так, элементу массива  $I(1, 1) = 32$  соответствует пиксель, находящийся в левом верхнем углу изображения, а элементу массива  $I(6, 11) = 172$  соответствует пиксель, находящийся в правом нижнем углу изображения. Каждый пиксель полутонового изображения характеризуется яркостью. Так, яркости пикселей, задаваемые элементами массива  $I(1, 1)$  и  $I(6, 11)$ , равны соответственно 32 и 172. Для полутоновых изображений, как правило, используется шкала, где яркости пикселей изменяются от 0 (черный цвет) до 255 (белый цвет).

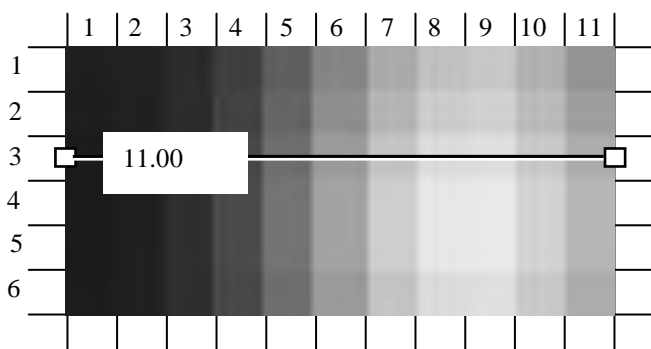


Рис. П.2.5. Пиксельная структура элемента цифрового изображения, записанного в файле “difr.jpg”

### *Продолжение приложения 2*

**Функция “*imdistline*”.** Эта функция позволяет определить число пикселей вдоль прямой, соединяющей две выбранные точки на изображении. В результате выполнения команды “***h = imdistline***” на открытом изображении появляется прямая линия с двумя маркерами, подобная той, что изображена на рис. П.2.5. (Полный список команд такой:  $I = \text{imread}('difr.jpg');$   $\text{imshow}(I);$   $h = \text{imdistline};$ ). Число, пропечатываемое в белом прямоугольнике, соответствует числу пикселей, разделяющих два маркера. На рис. П.2.5 оно равно 11, что соответствует числу

квадратиков, пересекаемых горизонтальной линией. Устанавливая маркеры с помощью мыши на интересующие нас точки изображения, можно определить расстояние (число пикселей) между этими точками. Вывести это число на экран компьютера позволяет команда “getDistance(h)”.

Если кликнуть правой кнопкой мыши в тот момент, когда курсор находится на прямой линии или на одном из маркеров, то происходит выпадение контекстного меню, содержащего дополнительные опции. Более подробно с возможностями функции “imdistline” можно ознакомиться, используя справочную систему MATLAB.

### **П.2.3. Файл-функция «fsize». Руководство пользователя**

Предлагаемая программа составлена для работы в системе MATLAB. Она позволяет провести измерение линейных размеров ансамбля микрочастиц по электронномикроскопической фотографии и определить его статистические характеристики.

Поясним работу программы на конкретном примере. Допустим, мы исследуем выделения кристаллической фазы диоксида гафния ( $\text{HfO}_2$ ) в аморфной матрице. Изображение сфотографировано на фотопленке размером 9 x 12 см при электронно-микроскопическом увеличении  $M_3 = 60000$ . Кристаллическое выделение легко отличить от аморфного окружения по характерному дифракционному контрасту. После оцифровывания изображения (с использованием фотосканера) сформирован файл, имеющий имя и расширение 3200\_HfO2.jpg.

Запускаем систему MATLAB. В окне “Command window” набираем имя файл функции “fsize”. В командном окне появляются строки.

*Функция измерения размеров объектов на цифровом изображении.*

*Введите <1> – для проведения новых измерений*

*Введите <2> – для ввода значений имеющихся измерений с клавиатуры*

*Введите <3> – для ввода значений имеющихся измерений из файла*

**П.2.4. Работа программы “fsize” в режиме проведения новых измерений.** В этом случае после запуска программы следует ввести в окне “Command window” цифру “1”. После ввода единицы следует команда: *“Введите имя файла (в одинарных кавычках) с цифровым изображением”*.

Вводим: '3200\_HfO2.jpg'

На экране компьютера появляется новое окно с изображением объекта и масштабного отрезка (рис. П.2.6).

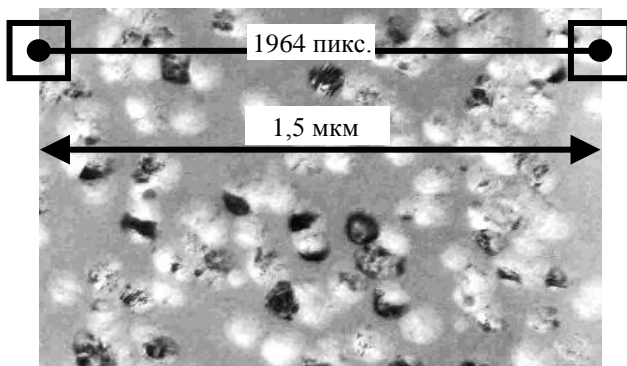


Рис. П.2.6. Изображение объекта и масштабных отрезков

#### *Продолжение приложения 2*

В окне “Command window” следует текст:

*Установите с помощью манипулятора «мышь» длину выбранного отрезка в микрометрах для определения масштаба изображения и нажмите <Enter>.*

На данном этапе необходимо установить соответствие между числом пикселей и расстоянием (в микронах), разделяющим две выбранные точки на изображении. Последние целесообразно выбирать на краях фотопластинки (между которыми расстояние известно и в нашем

случае равно 9 см). С помощью манипулятора «мышь» устанавливаем маркеры на левый и правый край изображения так, чтобы линия, соединяющая маркеры, была параллельна кромке изображения. После нажатия “Enter” в командном окне следует текст:

*Введите длину отрезка (в микронах)*

В этом случае длина прямого отрезка, вычисленная в пикселях, соответствует расстоянию между маркерами на изображении объекта, выраженному в микронах и равному  $L:M_э$ , где  $L$  есть ширина фотопластины (в нашем случае 90000 мкм). В рассматриваемом примере длина отрезка равна  $90000 \text{ мкм} : 60000 = 1,5 \text{ мкм}$ , что соответствует 1964 пикселям (число в белом прямоугольнике над прямой линией). Следовательно, одному пикселю будет соответствовать расстояние, равное  $\sim 0,0008 \text{ мкм}$ . После введения 1,5 и нажатия клавиши “Enter” на экране появляется текст:

*Масштаб: 1 пиксель --> 0,000764 мкм*

*Введите <1> – для использования измерительных отрезков без меток*

*Введите <2> – для отображения меток на измерительных отрезках*

Если выбрать первый вариант, то масштабные метки не появляются и ничто не затеняет поле изображения. Во втором случае возле каждой масштабной линии появляется прямоугольник с числом, показывающим расстояние между указателями, выраженном в пикселях.

*Продолжение приложения 2*

После введения “1” или “2” появляется команда

*Введите число измерений*

В качестве примера вводим “33”. Это означает, что мы измерим линейный размер (диаметр) 33 микрокристаллов на рис. П.2.6 (т.е. объем выборки  $n = 33$ ). После нажатия клавиши “Enter” программа генерирует 33 пары маркеров, соединенных прямой линией, которые первоначально располагаются в левом верхнем углу рисунка. В окне “Command

window” появляется текст: *Выполните измерения размеров объектов с помощью манипулятора «мышь» и нажмите “Enter”.*

Для измерения диаметра микрокристалла необходимо с помощью мыши разместить оба маркера на противоположных концах изображения микрокристалла. Число в белом прямоугольнике будет соответствовать размеру кристалла, выраженному в пикселях. Если белый прямоугольник препятствует установке маркеров в нужных местах изображения, то его можно убрать с помощью команды контекстного меню, вызываемого правой кнопкой мыши. Указанную процедуру измерения следует повторить  $n = 33$  раза.

После выполнения этой команды в окне “Command window” появляется текст:

*Введите <1> – для сохранения размеров объектов в текстовом файле*

*Введите <2> – для продолжения работы без сохранения*

В первом случае массив измерений будет сохранен в виде текстового файла. Во втором случае – измерения не сохраняются. В качестве примера вводим “1”. Следует текст:

*Введите имя файла (в одинарных кавычках)*

В этом случае компьютер предлагает задать имя файла, в котором следует сохранить данные измерений. В качестве примера вводим 'exam\_1'. Далее следует предложение:

*Введите <1> – для сохранения данных в виде строки*

*Продолжение приложения 2*

*Введите <2> – для сохранения данных в виде столбца*

В первом случае данные сохраняются в виде вектора–строки. Во втором случае – в виде вектора–столбца. В качестве примера вводим “1”. После этого следует команда:

*Введите число интервалов (бинов) для построения гистограммы (при введении 0 число бинов определяется автоматически):*

При введении “0” программа сама определит оптимальное число интервалов будущей гистограммы по характеру распределения элемен-

тов массива данных измерений. Однако число интервалов будущей гистограммы можно задать и вручную. В качестве примера вводим число интервалов (бинов), равное 5. После введения этого числа и нажатия клавиши “Enter” в окне “Command window” появляется текст:

*Введите <1> – для построения нормальной кривой по результатам измерений*

*Введите <2> – для отображения гистограммы без нормальной кривой*

В первом случае нормальная кривая отображается вместе с гистограммой. Во втором случае отображается только гистограмма. Вводим “1” и получаем результаты статистической обработки электронно-микроскопической фотографии:

*Статистические характеристики проведенных измерений:*

- |                           |                |
|---------------------------|----------------|
| 1. Минимальный размер     | = 0,039834 мкм |
| 2. Максимальный размер    | = 0,092365 мкм |
| 3. Средний размер .....   | = 0,61926 мкм  |
| 4. Стандартное отклонение | = 0,010168 мкм |
| 5. Коэффициент вариации   | = 16,420324 %  |
| 6. Асимметрия .....       | = 0,494222     |
| 7. Эксцесс .....          | = 1,771556     |

*Продолжение приложения 2*

В отдельном окне (например, “Figure 2”) приводится гистограмма и кривая, отражающие распределение размеров микрокристаллов. При этом результаты измерений записаны в файле “exam\_1”, который высвечивается в окне “Current Folder”.

**П.2.5. Работа программы “fsize” в режиме ввода значений имеющихся измерений с клавиатуры.** В этом случае после запуска программы следует ввести в окне “Command window” цифру “2”. После

ввода двойки следует команда: *“Задайте размеры объектов в микрометрах в виде вектора (в квадратных скобках)”*. В качестве примера введем элементы вектора-строки X2 (см. прил. 1). Далее последуют команды, предписывающие выполнение действий, содержание которых описано в предыдущем разделе 2.4.

**П.2.6. Работа программы “fsize” в режиме ввода значений имеющихся измерений из файла.** В этом случае после запуска программы следует ввести в окне “Command window” цифру “3”. После ввода тройки следует приглашение: *“Введите имя файла (в одинарных кавычках)”*. В качестве примера введем имя файла “exam\_1”, созданного в разделе 2.4. Вводим 'exam\_1'. Далее последуют команды, предписывающие выполнение действий, содержание которых описано в разделе 2.4.

### **П.2.7. Листинг программы “elem\_freq”**

1. function freq = elem\_freq(a)
2. b = sort(a);
3. m = size(a); n = m(2);
4. i = 2; k = 1;
5. temp = b(1); freq(1,k) = temp; freq(2,k) = 1;
6. while i <= n

*Продолжение приложения 2*

7. if temp == b(i)
8. freq(2,k) = freq(2,k) + 1;
9. else
10. k = k + 1;
11. temp = b(i);
12. freq(1,k) = temp;
13. freq(2,k) = 1;
14. end;



```

15. i = i + 1;
16. end;
17. freq(3,:) = freq(2,:) / n;

```

### П.2.8. Листинг программы “fsize”

```

1. function fsize
2. clc
3. N = 0;
4. x = 0;
5. F = 0;
6. dist = 0;
7. bins = 0;
8. s1 = '      Функция измерения размеров объектов на цифро-
вом изображении.';
9. disp(s1);
10. s1 = 'Введите <1> - для проведения новых измерений\n';
11. s2 = 'Введите <2> - для ввода значений имеющихся измерений
с клавиатуры\n';
12. s3 = 'Введите <3> - для ввода значений имеющихся измерений
из файла\n';
13. misure = input([s1, s2, s3]);
14. if misure ~= 1 && misure ~= 2 && misure ~= 3
Продолжение приложения 2
15. ok = false;
16. while ok == false
17. misure = input([s1, s2, s3]);
18. if misure == 1 || misure == 2 || misure == 3
a.ok = true;
19. end;
20. end;
21. end;

```

```

22. if misure == 1
23. s1 = 'Введите имя файла (в одинарных кавычках) с цифровым
изображением: ';
24. fname = input(s1);
25. %fname = '1.jpg';
26. img = imread(fname);
27. figure;
28. hImg = imshow(img);
29. title('Установите с помощью манипулятора мышь длину вы-
бранного отрезка в микрометрах');
30. hline = imdistline(gca);
31. api = iptgetapi(hline);
32. api.setLabelTextFormatter('%4.0f пикс. ');
33. input('Установите с помощью манипулятора мышь длину вы-
бранного отрезка в микрометрах \n для определения масштаба изобра-
жения и нажмите <Enter>');
34. microns = input('Введите длину отрезка в микрометрах:');
35. sc = microns / getDistance(hline);
36. delete (hline);
37. s1 = sprintf('Масштаб: 1 пиксель --> %6.6f мкм\n', sc);
38. s2 = sprintf('Введите <1> - для использования измерительных
отрезков без меток\n');

```

#### *Продолжение приложения 2*

```

39. s3 = sprintf('Введите <2> - для отображения меток на измери-
тельных отрезках\n');
40. labels = input([s1, s2, s3]);
41. if labels ~= 1 && labels ~= 2
42. ok = false;
43. while ok == false
a.labels = input([s2, s3]);
b. if labels == 1 || labels == 2

```

```

i.ok = true;
c.end;
44. end;
45. end;
46. if labels == 1
47. lab = false;
48. elseif labels == 2
49. lab = true;
50. end;
51. N = input('Введите число измерений: ');
52. s1 = sprintf('Масштаб: 1 пиксель --> %6.6f мкм', sc);
53. title(['Выполните измерения размеров объектов. ', s1]);
54. for i=1:N
55. hlines(i) = imdistline(gca,[20 120],[20 20]);
56. api = iptgetapi(hlines(i));
57. api.setLabelTextFormatter('%4.0f пикс. ');
58. setLabelVisible(hlines(i),lab)
59. end;
60. input('Выполните измерения размеров объектов с помощью
манипулятора «мышь» и нажмите <Enter>');
61. for i=1:N
62. dist(i) = getDistance(hlines(i));
63. dist(i) = dist(i) * sc;
Продолжение приложения 2
64. end;
65. elseif misure == 2
66. dist = input('Задайте размеры объектов в микрометрах в виде
вектора (в квадратных скобках): ');
67. m = size(dist);
68. N = max(m(1), m(2));
69. elseif misure == 3
70. s1 = 'Введите имя файла (в одинарных кавычках): ';

```

```

71. fnameIn = input(s1);
72. [fid] = fopen(fnameIn,'r');
73. dist = fscanf(fid, '%g', [1 inf]);
74. fclose(fid);
75. m = size(dist);
76. N = max(m(1), m(2));
77. end;
78. if misure == 1 || misure == 2
79. s1 = 'Введите <1> - для сохранения размеров объектов в тек-
стовом файле\n';
80. s2 = 'Введите <2> - для продолжения работы без сохране-
ния\n';
81. save = input([s1, s2]);
82. if save ~= 1 && save ~= 2
83. ok = false;
84. while ok == false
a.save = input([s1, s2]);
b. if save == 1 || save == 2
i.ok = true;
c.end;
85. end;
86. end;
87. if save == 1
Продолжение приложения 2
88. s1 = 'Введите имя файла (в одинарных кавычках): ';
89. fnameOut = input(s1);
90. s1 = 'Введите <1> - для сохранения данных в виде строки\n';
91. s2 = 'Введите <2> - для сохранения данных в виде столбца\n';
92. vec = input([s1, s2]);
93. if vec ~= 1 && vec ~= 2
a.ok = false;
b. while ok == false

```

```

i.vec = input([s1, s2]);
ii.if vec == 1 || vec == 2
iii.ok = true;
iv.end;
    c.end;
    94. end;
    95. if vec == 1
a.[fid, message] = fopen(fnameOut,'w');
b. fprintf(fid,'%15.6f', dist');
c.fclose(fid);
    96. elseif vec == 2
a.[fid, message] = fopen(fnameOut,'w');
b. fprintf(fid,'%15.6f\n', dist');
c.fclose(fid);
    97. end;
    98. end;
    99. end;
    100. omin = min(dist);
    101. omax = max(dist);
    102. omean = mean(dist);
    103. ostd = std(dist, 1);
    104. cvar = ostd / omean * 100;
    105. h = (omax - omin) / N;
Продолжение приложения 2
    106. m1 = abs(omean - omin);
    107. m2 = abs(omax - omean);
    108. amax = max(m1, m2);
    109. nbins = input('Введите число интервалов (бинов) для постро-
ения гистограммы\n(при введении 0 число бинов определяется автома-
тически): ');
    110. if nbins == 0
    111. [F,x]=ecdf(dist);

```

```

112. nbins=length(x)-1;
113. end;
114. s1 = sprintf('Введите <1> - для построения нормальной кри-
вой по результатам измерений\n');
115. s2 = sprintf('Введите <2> - для отображения гистограммы без
нормальной кривой\n');
116. norm = input([s1, s2]);
117. if norm ~= 1 && norm ~= 2
118. ok = false;
119. while ok == false
120. norm = input([s1, s2]);
121. if norm == 1 || norm == 2
a.ok = true;
122. end;
123. end;
124. end;
125. figure;
126. bins = hist(dist,nbins);
127. hist(dist,nbins); hold on;
128. max_bins = max(bins);
129. kurt = kurtosis(dist) - 3;
130. skew = skewness(dist, 1);
131. if norm == 1
Окончание приложения 2
132. x=(omean - amax):(h/100):(omean + amax);
133. gauss = gaussmf(x,[ostd omean]) * max_bins;
134. plot(x,gauss,'red');
135. end;
136. xlabel('Размер частицы, мкм');
137. ylabel('Частота');
138. s1 = sprintf('Статистические характеристики проведенных
измерений:\n');

```

```

139. s2 = sprintf('1. Минимальный размер    = %.6f мкм\n', omin);
140. s3 = sprintf('2. Максимальный размер    = %.6f мкм\n', omax);
141. s4 = sprintf('3. Средний размер          = %.6f мкм\n', omean);
142. s5 = sprintf('4. Стандартное отклонение = %.6f мкм\n', ostd);
143. s6 = sprintf('5. Коэффициент вариации   = %.6f %%\n', cvar);
144. s7 = sprintf('6. Асимметрия             = %.6f\n', skew);
145. s8 = sprintf('7. Эксцесс                = %.6f\n', kurt);
146. disp([s1, s2, s3, s4, s5, s6, s7, s8]);

```

### Приложение 3 к лабораторной работе 8

**П.3.1. Таблица значений коэффициентов Стьюдента  $t_\alpha(N)$  по заданным значениям надежности  $\alpha$  и числу измерений  $N$**

$N-1$	$t_\alpha(N)$					
	$\alpha$					
	0,5	0,7	0,8	0,9	0,95	0,99
1	1,00	2,0	3,1	6,3	12,7	63,7
2	0,82	1,3	1,9	2,9	4,3	9,9
3	0,77	1,3	1,6	2,4	3,2	5,8
4	0,74	1,2	1,5	2,1	2,8	4,6
5	0,73	1,2	1,5	2,0	2,6	4,0
6	0,72	1,1	1,4	1,9	2,4	3,7
7	0,71	1,1	1,4	1,9	2,4	3,5
8	0,71	1,1	1,4	1,9	2,3	3,4
9	0,70	1,1	1,4	1,8	2,3	3,3
10	0,70	1,1	1,4	1,8	2,2	3,2
50	0,68	1,1	1,3	1,7	2,0	2,7
100	0,88	1,0	1,3	1,7	2,0	2,6
	0,67	1,0	1,3	1,6	2,0	2,6

### П.3.2. Некоторые функции в системе MATLAB, применяемые при обработке результатов измерений и при работе с цифровыми изображениями

Наблюдаемые значения  $x_i$  в системе MATLAB можно представить в виде вектора-строки  $X = [x_1, x_2, \dots, x_i]$ . Рассмотрим некоторые статистические функции системы MATLAB и результаты, возвращаемые ими на примере вектора-строки  $X$ .



### *Продолжение приложения 3*

$X = [17,5; 16,9; 13,4; 16,6; 14,1; 19,1; 15,6; 19,3; 14,7; 17,0; 15,5; 11,2; 13,5; 17,0; 15,6; 13,2; 14,3; 16,2; 13,5; 17,8; 14,3; 19,7; 13,3; 16,1; 12,3; 14,1; 14,4; 16,6; 17,8; 16,3; 14,9; 17,5; 17,5; 16,0; 16,9; 16,6; 13,5; 17,4; 14,2; 14,4]$ .

**П.3.2.1. Определение числа элементов (длины) вектора  $X$ .** Для этого используется команда “**length (X)**”. Результатом применения команды является число 40.

**П.3.2.2. Нахождение минимального и максимального значения элементов вектора  $X$ .**

а). Минимальное значение находится посредством команды “**min (X)**”. Результатом ее применения является число 11.2000.

б). Максимальное значение находится посредством команды “**max (X)**”. Результатом ее применения является число 19.7000.

**П.3.2.3. Нахождение среднего арифметического значения из элементов вектора  $X$  (согласно соотношению (8.10)).** Для этого используется команда “**mean (X)**”. Результатом применения команды является число 15.6450.

**П.3.2.4. Нахождение исправленной дисперсии  $s^2$  из элементов вектора  $X$  (согласно соотношению (8.9)).** Для этого используется команда “**var (X)**”. Результатом применения команды является число 3.8815.

**П.3.2.5. Нахождение исправленного среднего квадратического отклонения  $s$  из элементов вектора  $X$  (согласно соотношению (8.11)).** Для этого используется команда или “**std (X)**”. Результатом применения этой команды является число 1.9702.

**П.3.2.6. Построение гистограммы частот элементов вектора-строки.** Команда “**hist (X, nbins)**” строит гистограмму частот элементов вектора-строки  $X$ . Число частичных интервалов (число “бинов”) задается величиной “nbins”. Если эта величина не указана, то число бинов по умолчанию будет равно 10 (команда “**hist (X)**”). В качестве примера построим гистограмму частот элементов вектора  $X$ , используя 7 частичных

### *Продолжение приложения 3*

интервалов ( $\text{nbins} = 7$ ). Для этого в командном окне следует набрать “**hist (X, 7)**”. Результат исполнения этой команды подобен гистограмме, показанной на рис. 8.3. Отличие состоит в том, что по оси ординат рис. 8.3 отложены относительные частоты, которые в  $N = 40$  раз меньше частот элементов вектора  $X$ .

Определим вектор-строку **xi**, элементами которого являются значения середин частичных интервалов, и вектор-строку **ni**, элементами которого являются суммы частот вариантов частичных интервалов. Для этого в командном окне следует набрать “**[ni, xi]=hist (X, 7)**”. Результат исполнения команды следующий:

```
ni =      2      6      8      5     10      6      3
xi = 11.8071 13.0214 14.2357 15.4500 16.6643 17.8786 19.0929
```

Он означает то, что в область первого частичного интервала, середине которого соответствует число 11.8071, попало 2 элемента вектора  $X$ . В область второго частичного интервала, середине которого соответствует число 13.0214, попало 6 элементов вектора, и т.д.

**П.3.2.7. Построение нормальной кривой функции плотности вероятности (соотношение 8.8)) по опытным данным, представленным элементами вектора-строки  $X$ .** Для этого целесообразно использовать стандартную MATLAB-функцию “**normpdf**” (normal probability density function). Она определяет элементы вектора  $Y$  с помощью команды **Y = normpdf (t, mu, sigma)**. В этом выражении  $\mu$  есть выборочное среднее (8.10);  $\sigma$  есть исправленное среднее квадратичное отклонении  $s$  (8.11). В результате применения команды будут вычислены значения элементов вектора  $Y$  по формуле (8.8) в точках  $t$ , охватывающих интервал от минимального до максимального значения среди элементов вектора  $X$ . Вывод графика можно осуществить командой “**plot (t, Y, 'k', 'LineWidth', 1.5)**”. Параметры “**'k', 'LineWidth', 1.5**” задают цвет и ширину

### *Продолжение приложения 3*

линии кривой, выводимой на экран компьютера. Итоговая форма записи следующая:

```
t=min (X):0.01:max (X);  
Y=normpdf (t, mean (X), std (X));  
plot (t, Y, 'k' , 'LineWidth', 1.5)
```

В результате выполнения этих команд будет построена кривая плотностей относительных частот, подобная той, что приведена на рис. 8.3. Отличие состоит в том, что относительная частота (отложенная по оси ординат на рис. 8.3) превышает значение плотности относительной частоты в число раз, равное численному значению ширины задаваемого интервала (бина).

**П.3.2.8. Совместное построение столбчатой диаграммы относительных частот элементов вектора X и функции распределения Гаусса.**

```
nbins = 7; [ni, xi]=hist (X, nbins);  
bar (xi, ni./length(X)); hold on;  
h=(max(X)-min(X))/nbins; t=min (X):0.01:max (X);  
Y = (normpdf(t, mean (X), std (X))).*h; plot (t, Y, 'k' , 'LineWidth', 1.5)
```

В результате выполнения приведенного набора команд будет построена столбчатая диаграмма относительных частот элементов вектора X и график функции распределения Гаусса, приведенные на рис. П.3.1. Вид диаграммы можно изменить, используя инструменты графического редактора.

**П.3.2.9. Создание массивов элементов.** Для создания массива S, состоящего из N элементов, которые распределены случайным образом, надо воспользоваться командой **S=rand(1, N)** (формирование вектор-строки) или командой **S=rand(N, 1)** (формирования вектор-столбца).

### *Продолжение приложения 3*

Для создания массива **G**, состоящего из **N** элементов, которые распределены по нормальному закону, имеют среднее арифметическое значение  $\mu$  и исправленное среднее квадратичное отклонение  $\sigma$ , используется команда **G=normrnd(mu, sigma, 1, N)** (формирование вектор-строки) или команда **G= normrnd(mu, sigma, N, 1)** (формирование вектор-столбца).

Пример:

**N=40; mu= 15.735; sigma= 2.2105;**

**G=normrnd(mu, sigma, 1, N)**

В результате выполнения этого набора команд будет создан вектор-строка **G**, для которого среднее арифметическое значение  $\mu = 15.735$ , а исправленное среднее квадратичное отклонение  $\sigma = 2.2105$ .

Для совместного построения столбчатой диаграммы и нормальной кривой по элементам созданного вектора-строки **G** можно использовать следующие команды:

**N=40; mu= 15.735; sigma= 2.2105;**

**G=normrnd (mu, sigma, 1, N);**

**nbins = 7; [ni, xi]=hist (G, nbins);**

**bar (xi, ni./length(G)); hold on;**

**h=(max(G)-min(G))/nbins; t=min (G):0.01:max (G);**

**Y = (normpdf(t, mean (G), std (G))).\*h; plot (t, Y, 'k' , 'LineWidth', 1.5)**

Результаты выполнения этих команд отражены на рис. П.3.1. Середины столбцов диаграммы соответствуют значениям  $x_i$  по оси абсцисс. Суммы относительных частот вариант частичных интервалов  $n_i$  отложены по оси ординат.

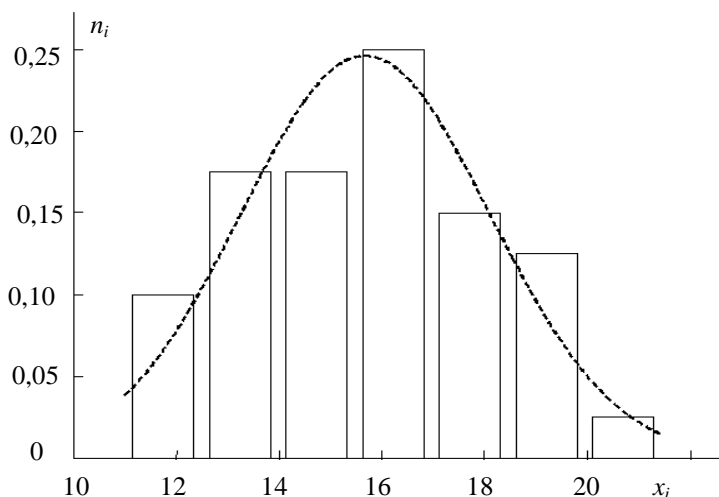


Рис. П.3.1. Столбчатая диаграмма и нормальная кривая, построенные по элементам вектора-строки **G**

**П.3.2.10. Проверка гипотезы о “нормальности” распределения элементов вектора **G**.** Визуальную оценку нормальности распределения можно провести, воспользовавшись высокоуровневой функцией **normplot(G)** или **probplot(G)**. Результат использования функции **normplot** показан на рисунке П.3.2. Если опытные данные, обозначенные маркерами “+” на графике рис. П.3.2, расположились вблизи сплошной части наклонной прямой, следовательно, распределение данных близко к нормальному закону.

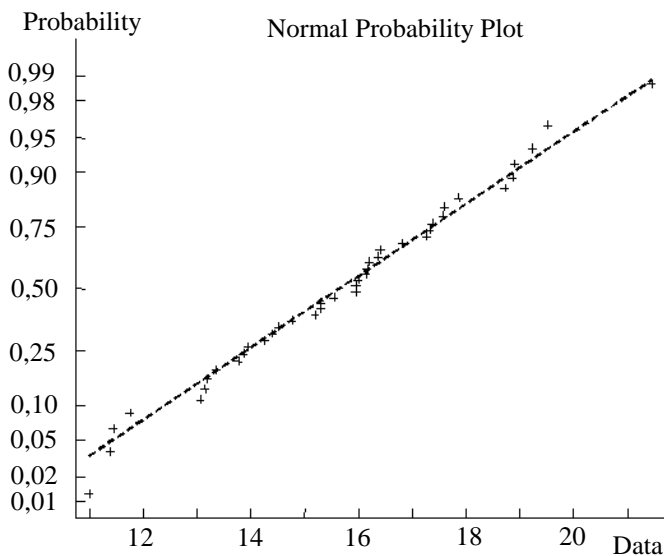


Рис. П.3.2. Результат использования функции `normplot`, примененный к элементам вектора-строки **G**

**П.3.2.11. Формирование и вывод на экран цифрового изображения.** Цифровые изображения формируются посредством сканирования электронно-микроскопических фотографий, отпечатанных на стекле, фотопленке или фотобумаге с последующей их записью в виде файлов в память компьютера. Как правило, используются полутоновые изображения (grayscale), содержащие пиксели с рядом оттенков серого цвета. В памяти компьютера они хранятся в виде двумерных массивов-матриц. Работать с цифровыми изображениями в системе MATLAB позволяет пакет специализированных программ “Image Processing Toolbox”.

Для работы в окне MATLAB “Command Window” файл, к которому следует обратиться, должен находиться в той папке, которая отображена в

### *Продолжение приложения 3*

окне “Current Folder”. Выбор требуемой папки осуществляется с помощью выпадающего меню “Обзор папок”, которое появляется после нажатия кнопки “Browse for folder”.

**Функция “imread”.** Для считывания графического объекта в командной строке MATLAB следует набрать команду `I = imread('filename.fmt')`, где filename есть имя файла, а fmt – его формат. Например, для считывания цифрового изображения, записанного в файле `para_dv_v.jpg`, следует выполнить команду **“I=imread('para\_dv\_v.jpg');”**. В результате ее выполнения будет сформирован двумерный числовой массив I. Для предотвращения вывода числового массива на экран компьютера в конце команды следует ставить “;”.

**Функция “imshow”.** Эта функция позволяет получить изображение на экране компьютера. Выполнение команды **“imshow(I)”** приводит к выведению в отдельном окне изображения, записанного в файле `para_dv_v.jpg` (рис. П.3.3). Для того, чтобы уже выведенное на экран изображение не исчезало при выведении следующего изображения, перед командой “imshow” следует задавать команду “figure” (например, **“figure, imshow(J)”**).

Каждому элементу массива I соответствует определенный пиксель изображения, который характеризуется яркостью. Как правило, используется шкала, где яркости пикселей изменяются от 0 (черный цвет) до 255 (белый цвет).

**П.3.2.12. Информация о цифровом изображении. Функция “IMPIXELINFO”.** Она позволяет получать первичную количественную информацию об объекте изображения. В результате выполнения команды **“IMPIXELINFO”** в нижнем левом углу открытого изображения появляется надпись *“Pixel info:(X, Y) Intensity”* (если курсор находится в области рамки изображения). При перемещении курсора в области изображения в круглых скобках надписи отображаются текущие координаты курсора по горизонтали (X) и по вертикали (Y). Левый верхний угол изображения соответствует координатам (0, 0). Правее координат отображается яркость

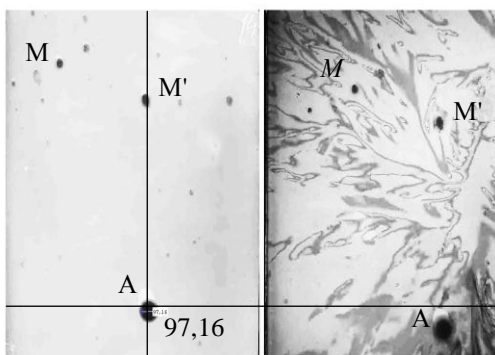
### *Продолжение приложения 3*

пикселей (*Intensity*). Например, если курсор находится в области темной метки “А” (рис. П.3.3), то надпись отобразит: *Pixel info:(1704, 1007) 20*. В соседней области, примыкающей к метке “А”, надпись отобразит: *Pixel info:(1746, 1011) 62*. Следовательно, разница в яркости изображений метки и фона (т. е. “контраст”), составит 42 пикселя.

**Функция “*imdistline*”.** Функция позволяет определить число пикселей вдоль прямой, соединяющей две выбранные точки на изображении. В результате выполнения команды “**h=imdistline**” на открытом изображении появляется прямая линия с двумя маркерами, подобная той, что изображена на рис. П.3.3. Число, пропечатываемое в белом прямоугольнике, соответствует числу пикселей, разделяющих два маркера. Устанавливая маркеры с помощью мыши на интересующие нас точки изображения, можно определить расстояние (в пикселях) между этими точками. Так, диаметр наиболее крупной метки на рис. П.3.3. равен 80 пикселям. Вывести это число на экран компьютера позволяет команда “**getDistance(h)**”.

Если кликнуть правой кнопкой мыши в тот момент, когда курсор находится на прямой линии или на одном из маркеров, то происходит выпадение контекстного меню, содержащего дополнительные опции. Более подробно о возможностях функции “*imdistline*” можно ознакомиться, используя справочную систему MATLAB.





Pixel info: (1704, 1007) 20

Рис. П.3.3. Изображение объекта, записанного в файле “para\_dv\_v.jpg”. Показано перекрестие курсора, наведенное на метку “А”

### П.3.3. Файл-функция “fdensity”. Руководство пользователя

Предлагаемая программа составлена для работы в системе MATLAB. Она позволяет по электронно-микроскопическим фотографиям пленки до и после кристаллизации измерить расстояния между выбранными метками, определить относительное изменение плотности вещества в результате кристаллизации пленки и провести статистическую обработку результатов измерений.

Программа “fdensity” для своей работы вызывает три вспомогательные функции: `coloremp`, `scan_line` и `scan`. Листинги данных файл-функций приведены ниже.

Поясним работу программы на конкретном примере. Допустим, мы исследуем относительное изменение плотности при кристаллизации пленки аморфного  $V_2O_3$ . Изображение участка пленки до и после кристаллизации было сфотографировано на двух фотопластинках размером 9х12 см при электронно-микроскопическом увеличении  $M_3 = 25000$ . После оцифровывания этих изображений (с использованием фото-сканера)

### *Продолжение приложения 3*

был сформирован один файл, содержащий оба изображения (до и после кристаллизации). Файл имеет имя и расширение “para\_dv\_v.jpg”.

Запускаем систему MATLAB. В окне “Command window” набираем имя файл функции “fdensity”. В командном окне появляются строки:

*Функция вычисления относительного изменения плотности.*

*Введите <1> – для обработки одного цифрового изображения*

*Введите <2> – для обработки двух цифровых изображений*

В том случае, когда изображение участка пленки до и после кристаллизации сфотографировано на двух фотопластинках, каждая из которых оцифрована и записана в памяти компьютера в виде отдельного файла, следует вводить “2”. В случае одного файла (более удобный вариант, как в рассматриваемом примере, следует вводить “1”. Вводим “1”. В командном окне появляются строки.

*Введите имя файла (в одинарных кавычках) с цифровым изображением.*

Вводим: “para\_dv\_v.jpg” и нажимаем “Enter”.

В окне “Command window” следует команда:

*Введите <1> – для автоматического распознавания меток*

*Введите <2> – для распознавания меток в ручном режиме*

В том случае, когда изображение меток является контрастным, а метки выглядят резко очерченными, целесообразно использовать работу программы “fdensity” в автоматическом режиме. В противном случае более эффективной будет работа программы в ручном режиме.

#### **П.3.4. Работа программы “fdensity” в автоматическом режиме.**

В этом случае следует ввести в окне “Command window” цифру “1”. После ввода единицы следует команда: *“Введите максимально допустимый горизонтальный размер объектов изображения (в пикселях). При введении 0, по умолчанию, будет задан размер, равный 200”*.

### *Продолжение приложения 3*

В автоматическом режиме программа “fdensity” определяет “центр масс” на изображении той метки, на которую наведен курсор. Вышеприведенная команда ограничивает допустимый размер используемых меток. Если он не известен, то следует ввести “0”. Однако в примере из раздела П.2.12 было установлено, что размер подобной метки равен 80 пикселям. Поэтому вводим “80”. На экране компьютера появляется команда:

*“Введите максимально допустимый вертикальный размер объектов изображения (в пикселях). При введении 0 по умолчанию будет задан размер, равный 200”.*

Смысл этой команды ясен из предыдущего пояснения. Вводим “80”. На экране компьютера появляется команда:

*“Введите максимально допустимую разницу в яркости пикселей [0 - 255] между изображением метки и фоном. При введении 0 по умолчанию будет задана разница, равная 20”.*

Вышеприведенная команда ограничивает допустимую разницу в яркости пикселей между изображением метки и фоном. Чем она больше, тем большая область на изображении будет восприниматься как одна метка. Если эта разница не известна, то следует ввести “0”. Но в примере из раздела П.2.12 было установлено, что разница в яркости пикселей между изображением метки и фоном равна 42 пикселя. Поэтому вводим “42”. На экране компьютера появляется команда:

*“Задайте значение надежности,  $\alpha$  = ”.*

Значение надежности  $\alpha$  выбираем по таблице из прил. 1. Наиболее употребительный вариант соответствует  $\alpha = 0.95$ . Поэтому вводим “0.95”.

### *Продолжение приложения 3*

На экране компьютера появляется новое окно (Figure 1) подобное тому, что приведено на рис. П.3.3. Окно содержит скользящий курсор в виде перекрестия. Если навести центр перекрестия на выбранную метку на фотографии аморфной пленки и кликнуть левой клавишей мышки, то выбранная метка окрасится в красный цвет. После этого центр перекрестия следует расположить на другой метке этой же фотографии аморфной пленки и повторить описанную процедуру. Между двумя метками возникает соединяющая их линия, имеющая номер проведенного измерения (в данном случае номер 1). Описанная процедура повторяется для тех же двух меток на изображении пленки после кристаллизации. Линия, соединяющая окрашенные метки на изображении закристаллизованной пленки, имеет тот же номер 1. Для статистики следует иметь как можно большее число пар линий с одинаковым номером. Каждая пара линий дает одно значение относительного изменения плотности. В рассматриваемом примере число пар равно 8. Кликнув левой клавишей мышки вне поля фотографий Figure 1, на экране компьютера увидим сообщение:

$$p1 = 6.2706 \%$$

$$p2 = 4.1079 \%$$

$$p3 = 5.5641 \%$$

$$p4 = 6.3367 \%$$

$$p5 = 4.8849 \%$$

$$p6 = 1.2032 \%$$

$$p7 = 7.0472 \%$$

$$p8 = 8.0256 \%$$

$$\langle p \rangle = 5.4300 \%$$

$$\text{Ответ: } p = 5.4300 \pm 4.6405 \%$$

В рассмотренном примере  $p1$  есть относительное изменение плотности, определенное по паре линий с номером 1,  $p2$  – по паре линий с номером 2 и т. д.  $\langle p \rangle$  – есть среднее арифметическое значение. Ответ гласит, что истинное значение относительного изменения плотности  $\eta$  (в программе  $\eta$  переобозначено как  $p$ ) попадает в доверительный интервал (0.7895; 10.0705) с надежностью, равной 0.95. Следует заметить, что ширина доверительного интервала уменьшается с уменьшением уровня надежности и с увеличением числа измерений.

### *Продолжение приложения 3*

Следующая команда: *“Записать результаты измерений в файл: <1> - Да, <0> - Нет ?”*.

Смысл команды ясен и не требует пояснений. Вводим “0”. Следующая команда:

*“Введите число интервалов (бинов) для построения гистограммы измерений. (при введении 0 число бинов определяется автоматически)”*.

В данном примере мы предоставим компьютеру выбрать число столбцов будущей гистограммы (т. е число бинов). Вводим “0”.

Следующая команда:

*“Введите <1> – для построения нормальной кривой по результатам измерений. Введите <2> – для отображения гистограммы без нормальной кривой”*.

Вводим “1”. На экране компьютера появляется сообщение, отражающее статистические характеристики проведенных измерений, которые после округления до второго знака сведены в таблицу П.3.1 (третий столбец).

Таблица П.3.1 – результаты измерения относительного изменения плотности  $\eta$

№	Статистические характеристики измерений	Автоматический режим	Ручной режим
1	Минимальное значение	1,2 (%)	3,7 (%)
2	Максимальное значение	8,0 (%)	8,5 (%)
3	Среднее значение	5,4 (%)	6,8 (%)
4	Стандартное отклонение	2,0 (%)	1,5 (%)
5	Коэффициент вариации	36,1 (%)	22,4 (%)
6	Асимметрия	– 0,9	– 0,7
7	Экссесс	0,2	– 0,4

Продолжение приложения 3

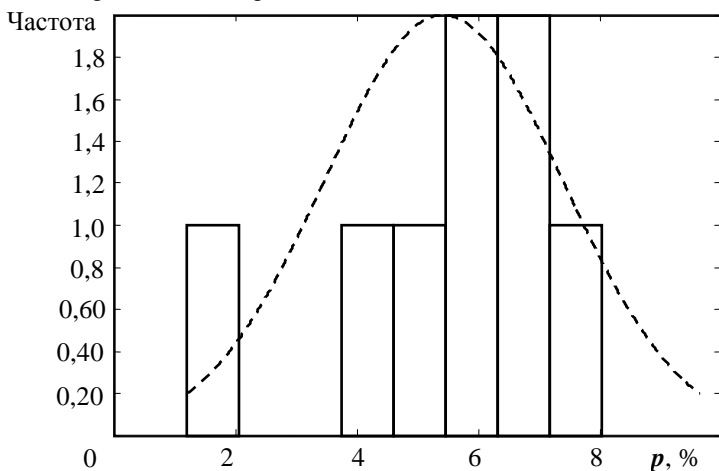


Рис. П.3.4. Гистограмма частот и нормальная кривая (пунктирная кривая), построенные в результате работы программы “fdensity” в автоматическом режиме

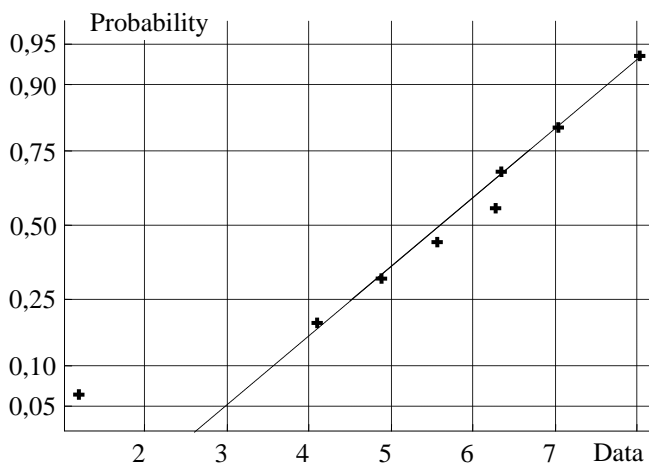


Рис. П.3.5. Результат использования функции `normplot`, примененный к элементам вектора  $p$

### *Продолжение приложения 3*

По результатам измерений в окне “Figure 2” приводится гистограмма частот и график функции, соответствующей распределению Гаусса (рис. П.3.4).

В окне “Figure 3” приводится результат использования функции “normplot”, примененный к элементам вектора  $\mathbf{p}$  (рис. П.3.5).

**П.3.5. Работа программы “fdensity” в ручном режиме.** После появления в окне “Command window” сообщения:

*Введите <1> – для автоматического распознавания меток*

*Введите <2> – для распознавания меток в ручном режиме*

Следует ввести в окне “Command window” цифру “2”. После ввода двойки следует команда:

*“Введите <1> – для отображения маркеров распознаваемых меток*

*Введите <2> – для распознавания меток без отображения их маркеров”.*

В первом случае место расположения перекрестия маркера на выбранной метке после щелчка левой клавишей мышки отмечается красным кружком. Во втором случае этого не происходит. В качестве примера вводим “1”. На экране компьютера появляется команда:

*“Задайте значение надежности,  $\alpha$  = ”.*

Значение надежности  $\alpha$  выбираем по таблице из прил. 1. Для разнообразия примеров зададим  $\alpha = 0.5$ . Вводим “0.5”.

На экране компьютера появляется окно (Figure 1) подобное тому, что приведено на рис. П.3.3. Далее следуют процедуры, описанные в предыдущем разделе. Проведя требуемое число пар линий (в нашем примере снова 8 пар) и кликнув левой клавишей мышки вне поля фотографий Figure 1, на экране компьютера появляется сообщение:

*Продолжение приложения 3*

$$p1 = 3.7372 \%$$

$$p3 = 8.5761 \%$$

$$p5 = 5.7726 \%$$

$$p7 = 7.8084 \%$$

$$\langle p \rangle = 6.8423 \%$$

$$p2 = 5.8870 \%$$

$$p4 = 8.4501 \%$$

$$p6 = 6.9799 \%$$

$$p8 = 7.5270 \%$$

$$\text{Ответ: } p = 6.8423 \pm 1.0876 \%$$

Ответ гласит, что истинное значение относительного изменения плотности попадает в доверительный интервал (5.7547; 7.9299) с надежностью, равной 0.5. Заметим, что ширина доверительного интервала стала меньше по сравнению с предыдущими измерениями, поскольку мы задали меньшее значение уровня надежности (при том же числе измерений).

После построения гистограммы (содержащей по нашему заданию 4 столбца) получим окончательный результат, приведенный в четвертом столбце табл. П.1 (после округления до второго знака после запятой).

Сопоставим оба приведенных ответа. На рис. П.3.6, *а* приведен результат измерения (округленный до второго знака после запятой) относительного изменения плотности  $\eta$ , выполненный в автоматическом режиме для  $V_2O_3$  с заданным уровнем надежности  $\alpha = 0.95$ . На рис. П.3.6, *б* – то же для измерений, выполненных в ручном режиме с уровнем надежности  $\alpha = 0.5$ . Непротиворечивость результатов очевидна: доверительный интервал, приведенный на рис. П.3.6, *а*, охватывает доверительный интервал, приведенный на рис. П.3.6, *б*.



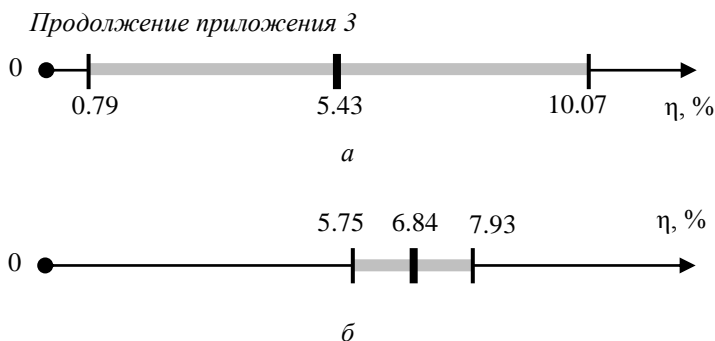


Рис. П.3.6. Результат измерения относительного изменения плотности  $\eta$ , выполненный в автоматическом режиме с уровнем надежности 0.95 (а) и в ручном режиме с уровнем надежности 0.5 (б)

### П.3.6. Листинг программы “fdensity”

```
function fdensity
OK = false;
while OK == false;
clc; clear all;
try
s = '    Функция вычисления относительного изменения плотности
p.';
disp(s);
s1 = 'Введите <1> - для обработки одного цифрового изображе-
ния\n';
s2 = 'Введите <2> - для обработки двух цифровых изображений\n';
nimages = input([s1, s2]);
if nimages ~= 1 && nimages ~= 2
ok = false;
while ok == false
nimages = input([s1, s2]);
if nimages == 1 || nimages == 2
```

### *Продолжение приложения 3*

```
ok = true;
end;
end;
end;
if nimages == 1
s = 'Введите имя файла (в одинарных кавычках) с цифровым изображением: ';
fname1 = input(s);
elseif nimages == 2
s='Введите имя файла (в одинарных кавычках) с первым цифровым изображением: ';
fname1 = input(s);
s='Введите имя файла (в одинарных кавычках) со вторым цифровым изображением: ';
fname2 = input(s);
end
if nimages == 1
image1 = imread(fname1);
info1 = imfinfo(fname1);
w1 = info1.Width; h1 = info1.Height;
figure; hImg1 = imshow(image1);
ssize1 = sprintf('Размеры изображения (Ш x В): %d x %d, пикс.', w1, h1);
title(ssize1);
elseif nimages == 2
image1 = imread(fname1);
info1 = imfinfo(fname1);
w1 = info1.Width; h1 = info1.Height;
subplot(1,2,1); hImg1 = imshow(image1);
ssize1 = sprintf('Размеры изображения (Ш x В):\n %d x %d, пикс.', w1, h1);
```

*Продолжение приложения 3*

```
title(ssize1);
image2 = imread(fname2);
info2 = imfinfo(fname2);
w2 = info2.Width; h2 = info2.Height;
subplot(1,2,2); hImg2 = imshow(image2);
ssize2 = sprintf('Размеры изображения (Ш x В):\n %d x %d, пикс.',
w2, h2);
title(ssize2);
end
s1 = 'Введите <1> - для автоматического распознавания меток\n';
s2 = 'Введите <2> - для распознавания меток в ручном режиме\n';
scan_mode = input([s1, s2]);
if scan_mode ~= 1 && scan_mode ~= 2
ok = false;
while ok == false
scan_mode = input([s1, s2]);
if scan_mode == 1 || scan_mode == 2
ok = true;
end;
end;
end;
if scan_mode == 1
s1 = 'Введите максимально допустимый горизонтальный размер ме-
ток';
s2 = 'изображения (в пикселях).\n';
s3 = 'При введении 0 по умолчанию будет задан размер, равный
200):';
lenx = input([s1,s2,s3]);
s1 = 'Введите максимально допустимый вертикальный размер меток
';
s2 = 'изображения (в пикселях).\n';
```

*Продолжение приложения 3*

```
s3 = 'При введении 0 по умолчанию будет задан размер, равный  
200): ';  
leny = input([s1,s2,s3]);  
s1 = 'Введите максимально допустимую разницу в яркости пикселей  
';  
s2 = '[0 - 255] между изображением\пметки и фоном. При введении  
0, ';  
s3 = 'по умолчанию будет задана разница, равная 20: ';  
dcolor = input([s1,s2,s3]);  
if lenx == 0  
lenx = 200;  
end;  
if leny == 0  
leny = 200;  
end;  
if dcolor == 0  
dcolor = 20;  
end;  
elseif scan_mode == 2  
s1='Введите <1> - для отображения маркеров распознаваемых ме-  
ток\n';  
s2='Введите <2> - для распознавания меток без отображения их  
маркеров\n';  
marker_mode = input([s1, s2]);  
if marker_mode ~= 1 && marker_mode ~= 2  
ok = false;  
while ok == false  
marker_mode = input([s1, s2]);  
if marker_mode == 1 || marker_mode == 2  
ok = true;  
end;
```

*Продолжение приложения 3*

```
end;
end;
end
s = 'Задайте значение надежности, a = ';
alpha = input(s);
npoints1 = 0;
npoints2 = 0;
nrc = get(0,'RecursionLimit') / 2;
left = true;
counter = 0;
ncoefs = 0;
while true
[x,y,btn] = ginput(1);
x = round(x);
y = round(y);
if nimages == 1
w = w1; h = h1; image = image1;
elseif nimages == 2
if left == true
w = w1; h = h1; image = image1;
else
w = w2; h = h2; image = image2;
end
end
if x < 0 || x > w || y < 0 || y > h
break;
else
if scan_mode == 1
arxt = 0; aryt = 0;
color = image(y, x, 1);
arxt(1) = x; aryt(1) = y;
```

*Продолжение приложения 3*

```
[arxt(2), aryt(2)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), -1, 0, w, h, color,...  
dcolor, image);  
[arxt(3), aryt(3)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), 1, 0, w, h, color,...  
dcolor, image);  
[arxt(4), aryt(4)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), 0, -1, w, h, color,...  
dcolor, image);  
[arxt(5), aryt(5)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), 0, 1, w, h, color,...  
dcolor, image);  
arxt(6) = arxt(2) + arxt(3) - arxt(1) - 1; aryt(6) = aryt(1);  
[arxt(7), aryt(7)] = scan_line(arxt(6), aryt(6), 0, -1, w, h, color,...  
dcolor, image);  
[arxt(8), aryt(8)] = scan_line(arxt(6), aryt(6), 0, 1, w, h, color,...  
dcolor, image);  
aryt(9) = aryt(4) + aryt(5) - aryt(1) + 1; arxt(9) = arxt(1);  
aryt(10) = aryt(7) + aryt(8) - aryt(6) + 1; arxt(10) = arxt(6);  
[arxt(11), aryt(11)] = scan_line(arxt(10), aryt(10), -1, 0, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(12), aryt(12)] = scan_line(arxt(9), aryt(9), 1, 0, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(13), aryt(13)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), -1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(14), aryt(14)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), 1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(15), aryt(15)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), -1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(16), aryt(16)] = scan_line(arxt(1), aryt(1), 1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(17), aryt(17)] = scan_line(arxt(6), aryt(6), -1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(18), aryt(18)] = scan_line(arxt(6), aryt(6), 1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);
```

*Продолжение приложения 3*

```
[arxt(19), aryt(19)] = scan_line(arxt(6), aryt(6), -1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(20), aryt(20)] = scan_line(arxt(6), aryt(6), 1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(21), aryt(21)] = scan_line(arxt(10), aryt(10), -1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(22), aryt(22)] = scan_line(arxt(10), aryt(10), 1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(23), aryt(23)] = scan_line(arxt(10), aryt(10), -1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(24), aryt(24)] = scan_line(arxt(10), aryt(10), 1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(25), aryt(25)] = scan_line(arxt(9), aryt(9), -1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(26), aryt(26)] = scan_line(arxt(9), aryt(9), 1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(27), aryt(27)] = scan_line(arxt(9), aryt(9), -1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(28), aryt(28)] = scan_line(arxt(9), aryt(9), 1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
x_accum = 0; y_accum = 0;  
for i = 1:28  
x_accum = x_accum + arxt(i);  
y_accum = y_accum + aryt(i);  
end  
arxt(29) = round(x_accum / 28); aryt(29) = round(y_accum / 28);  
[arxt(30), aryt(30)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), -1, 0, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(31), aryt(31)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), 1, 0, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(32), aryt(32)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), 0, 1, w, h,...
```

*Продолжение приложения 3*

```
color, dcolor, image);
[arxt(33), aryt(33)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), 0, -1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(34), aryt(34)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), -1, -1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(35), aryt(35)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), 1, 1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(36), aryt(36)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), -1, 1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(37), aryt(37)] = scan_line(arxt(29), aryt(29), 1, -1, w, h,...
color, dcolor, image);
arxt(38) = arxt(29); aryt(38) = aryt(10);
arxt(39) = arxt(9); aryt(39) = aryt(29);
arxt(40) = arxt(29); aryt(40) = aryt(6);
arxt(41) = arxt(10); aryt(41) = aryt(29);
[arxt(42), aryt(42)] = scan_line(arxt(38), aryt(38), -1, -1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(43), aryt(43)] = scan_line(arxt(38), aryt(38), 1, 1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(44), aryt(44)] = scan_line(arxt(38), aryt(38), -1, 1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(45), aryt(45)] = scan_line(arxt(38), aryt(38), 1, -1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(46), aryt(46)] = scan_line(arxt(39), aryt(39), -1, -1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(47), aryt(47)] = scan_line(arxt(39), aryt(39), 1, 1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(48), aryt(48)] = scan_line(arxt(39), aryt(39), -1, 1, w, h,...
color, dcolor, image);
[arxt(49), aryt(49)] = scan_line(arxt(39), aryt(39), 1, -1, w, h,...
color, dcolor, image);
```



*Продолжение приложения 3*

```
[arxt(50), aryt(50)] = scan_line(arxt(40), aryt(40), -1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(51), aryt(51)] = scan_line(arxt(40), aryt(40), 1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(52), aryt(52)] = scan_line(arxt(40), aryt(40), -1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(53), aryt(53)] = scan_line(arxt(40), aryt(40), 1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(54), aryt(54)] = scan_line(arxt(41), aryt(41), -1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(55), aryt(55)] = scan_line(arxt(41), aryt(41), 1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(56), aryt(56)] = scan_line(arxt(41), aryt(41), -1, 1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
[arxt(57), aryt(57)] = scan_line(arxt(41), aryt(41), 1, -1, w, h,...  
color, dcolor, image);  
nxt = 57;  
[arxt, ix] = sort(arxt); aryt2 = 0;  
for i = 1:nxt  
    aryt2(i) = aryt(ix(i));  
end  
for i = 1:nxt  
    aryt(i) = aryt2(i);  
end  
n = 1; n1 = 1; x = arxt(n1);  
while n <= (nxt + 1)  
    if n == (nxt + 1) || arxt(n) ~= x  
        yt = 0;  
        for nk = n1:n-1  
            yt(nk-n1+1) = aryt(nk);  
        end
```

*Продолжение приложения 3*

```
yt = sort(yt);
for nk = n1:n-1
    aryt(nk) = yt(nk-n1+1);
end
if n <= nxt
    n1 = n; x = arxt(n1);
end
end
n = n + 1;
end
min_x = min(arxt); max_x = max(arxt);
lx = max_x - min_x;
min_y = min(aryt); max_y = max(aryt);
ly = max_y - min_y;
if lx > lenx || ly > leny
    s1 = 'Размеры сканируемого объекта превышают заданные макси-  
мально ';  
s2 = 'допустимые. Выполните повторный щелчок мышью.';
    message = [s1, s2];
    hmb = msgbox(message,'fdensity','error','modal');
    uiwait(hmb);
    continue;
end
npixels = 0;%tStart=tic;
arx = 0;
ary = 0;
scan_image = zeros(h,w);
for n = 1:nxt
    npixels_t = 0;
    arx_t = 0;
    ary_t = 0;
```

*Продолжение приложения 3*

```
first = true;
[npixels_t, scan_image, arx_t, ary_t] = scan(nrc, arxt(n), aryt(n),...
image, scan_image, w, h, color, dcolor, npixels_t, arx_t, ary_t);
while npixels_t > 0
j = 1;
for i = npixels+1:npixels+npixels_t;
arx(i) = arx_t(j);
ary(i) = ary_t(j);
j = j + 1;
end
npixels = npixels + npixels_t;
[maximum, i] = max(arx_t);
x = arx_t(i) + 1;
y = ary_t(i) + 1;
npixels_t = 0;
arx_t = 0;
ary_t = 0;
[npixels_t, scan_image, arx_t, ary_t] = scan(nrc, x, y, image,...
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels_t, arx_t, ary_t);
end
end;
x_accum = 0; y_accum = 0;
for i = 1:npixels
x_accum = x_accum + arx(i);
y_accum = y_accum + ary(i);
end
for i=1:npixels
line(arx(i), ary(i), 'Color', 'red', 'LineWidth', 1);
end
if left == true
npoints1 = npoints1 + 1;
```

*Продолжение приложения 3*

```
arxc1(npoints1) = round(x_accum / npixels);
aryc1(npoints1) = round(y_accum / npixels);
else
npoints2 = npoints2 + 1;
arxc2(npoints2) = round(x_accum / npixels);
aryc2(npoints2) = round(y_accum / npixels);
end
elseif scan_mode == 2
if left == true
npoints1 = npoints1 + 1;
arxc1(npoints1) = x;
aryc1(npoints1) = y;
else
npoints2 = npoints2 + 1;
arxc2(npoints2) = x;
aryc2(npoints2) = y;
end
if marker_mode == 1
line(x, y, 'Color', 'red', 'Marker', 'o');
elseif marker_mode == 2
line(x, y, 'Color', 'red');
end
end
end
counter = counter + 1;
if counter == 2
if left == true
line([arxc1(npoints1-1) arxc1(npoints1)], [aryc1(npoints1-1)...
aryc1(npoints1)], 'Color', 'green', 'LineWidth', 1);
line(arxc1(npoints1-1), aryc1(npoints1-1), 'Color', 'green',...
'Marker', 'x');
```

*Продолжение приложения 3*

```
line(arxc1(npoints1), aryc1(npoints1), 'Color', 'green',...
'Marker', 'x');
text((arxc1(npoints1-1) + arxc1(npoints1)) / 2, (aryc1(npoints1-1)...
+ aryc1(npoints1)) / 2, sprintf('%d', npoints1 / 2),...
'Color', 'green', 'FontSize', 12);
else
line([arxc2(npoints2-1) arxc2(npoints2)], [aryc2(npoints2-1)...
aryc2(npoints2)], 'Color', 'blue', 'LineWidth', 1);
line(arxc2(npoints2-1), aryc2(npoints2-1), 'Color', 'blue',...
'Marker', 'x');
line(arxc2(npoints2), aryc2(npoints2), 'Color', 'blue',...
'Marker', 'x');
text((arxc2(npoints2-1) + arxc2(npoints2)) / 2, (aryc2(npoints2-1)...
+ aryc2(npoints2)) / 2, sprintf('%d', npoints2 / 2),...
'Color', 'blue', 'FontSize', 12);
end
left = ~left;
counter = 0;
end
if mod((npoints1 + npoints2), 4) == 0
len1 = sqrt((arxc1(npoints1) - arxc1(npoints1-1))^2 +...
(aryc1(npoints1) - aryc1(npoints1-1))^2);
len2 = sqrt((arxc2(npoints2) - arxc2(npoints2-1))^2 +...
(aryc2(npoints2) - aryc2(npoints2-1))^2);
ncoefs = ncoefs + 1;
arcoefs(ncoefs) = ((len1 / len2)^3 - 1) * 100;
s = sprintf('p%d = %.4f %%', ncoefs, arcoefs(ncoefs)); disp(s);
end
end;
cmin = min(arcoefs);
cmax = max(arcoefs);
```

*Продолжение приложения 3*

```
cmean = mean(arcoefs);
cstd = std(arcoefs, 1);
if cstd == 0 & cmean == 0
    cvar = 0;
elseif cstd ~= 0 & cmean == 0
    cvar = Inf * sign( cstd );
else
    cvar = cstd / cmean * 100;
end;
h = (cmax - cmin) / ncoefs;
m1 = abs(cmean - cmin);
m2 = abs(cmax - cmean);
amax = max(m1, m2);
s = sprintf('<p> = %.4f %%', cmean); disp(s);
cstudent = tinv((1+alpha)/2, ncoefs-1);%вычисление коэф. Стьюдента
dp = cstd * cstudent;
s = sprintf('Ответ: p = %.4f +- %.4f %%\n', cmean, dp); disp(s);
fout=input('Записать результаты измерений в файл: <1> - Да, <0> -
Нет ? ');
if fout ~= 0 && fout ~= 1
    ok = false;
while ok == false
    fout=input('Записать результаты измерений в файл: <1> - Да, <0> -
Нет ? ');
if fout == 0 || fout == 1
    ok = true;
end;
end;
end;
if ((ncoefs > 0) & (fout == 1))
for i=1:ncoefs
```

*Продолжение приложения 3*

```
data_out(i,1) = i;
data_out(i,2) = arcoefs(i);
end
[fid, message] = fopen('fdensity_out.txt','w');
fprintf(fid,'%4s %8s\n', '№', 'p');
fprintf(fid,'%4d %8.4f\n', data_out');
fclose(fid);
end;
s1='Введите число интервалов (бинов) для построения гистограммы
';
s2='измерений\n(при введении 0 число бинов определяется автома-
тически): ';
nbins = input([s1, s2]);
if nbins == 0
[F,x]=ecdf(arcoefs);
nbins=length(x)-1;
end;
s11 = 'Введите <1> - для построения нормальной кривой по ';
s12 = 'результатам измерений\n';
s1 = sprintf([s11, s12]);
s21 = 'Введите <2> - для отображения гистограммы без нормальной
';
s22 = 'кривой\n';
s2 = sprintf([s21,s22]);
norm = input([s1, s2]);
if norm ~= 1 && norm ~= 2
ok = false;
while ok == false
norm = input([s1, s2]);
if norm == 1 || norm == 2
ok = true;
```

### *Продолжение приложения 3*

```
end;
end;
end;
figure;
bins = hist(arcoefs,nbins);
hist(arcoefs,nbins); hold on;
max_bins = max(bins);
kurt = kurtosis(arcoefs) - 3;
skew = skewness(arcoefs, 1);
if norm == 1
x=(cmean - amax):(h/100):(cmean + amax);
gauss = gaussmf(x,[cstd cmean]) * max_bins;
plot(x,gauss,'red');
end;
xlabel('p, %');
ylabel('Частота');
figure;
normplot(arcoefs);
s1 = sprintf('Статистические характеристики измерений p:\n');
s2 = sprintf('1. Минимальное значение = %.4f %%\n', cmin);
s3 = sprintf('2. Максимальное значение = %.4f %%\n', cmax);
s4 = sprintf('3. Среднее значение = %.4f %%\n', cmean);
s5 = sprintf('4. Стандартное отклонение = %.4f %%\n', cstd);
s6 = sprintf('5. Коэффициент вариации = %.6f %%\n', cvar);
s7 = sprintf('6. Асимметрия = %.6f\n', skew);
s8 = sprintf('7. Эксцесс = %.6f\n', kurt);
disp([s1, s2, s3, s4, s5, s6, s7, s8]);
OK = true;
catch
s1 = 'Введены некорректные данные, либо все измерения p равны, либо ';
```



### *Продолжение приложения 3*

```
s2 = 'число измерений p меньше двух. Повторите ввод.';
message = [s1, s2];
hmb = msgbox(message, 'fdensity', 'error', 'modal');
uiwait(hmb);
ОК = false;
end
end
```

### **П.3.7. Листинг файл функции “colorcmp”**

```
function equal = colorcmp(color1, color2, dcolor)
if color1 > color2
dcolor2 = color1 - color2;
else
dcolor2 = color2 - color1;
end;
if dcolor2 <= dcolor
equal = true;
else
equal = false;
end
end
```

### **П.3.8. Листинг файл функции “scan\_line”**

```
function [x, y] = scan_line(x, y, dx, dy, w, h, color, dcolor, image)
ok = true;
while ok == true && x > 0 && x <= w && y > 0 && y <= h
if colorcmp(color, image(y, x, 1), dcolor) == true
x = x + dx; y = y + dy;
else
ok = false;
end
```

*Продолжение приложения 3*

```
end  
x = x - dx; y = y - dy;  
end
```

**П.3.9. Листинг файл функции “scan”**

```
function [npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x, y, image,...  
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary)  
if npixels >= nrc || x <= 0 || x > w || y <= 0 || y > h...  
|| scan_image(y,x) == 1  
return;  
end  
scan_image(y,x) = 1;  
if colorcmp(color, image(y, x, 1), dcolor) == false  
return;  
end  
npixels = npixels + 1;  
arx(npixels) = x;  
ary(npixels) = y;  
dx = -1; dy = -1;  
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image, ...  
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);  
dy = 0;  
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image,...  
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);  
dy = 1;  
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image,...  
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);  
dx = 0; dy = -1;  
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image,...  
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);  
dy = 1;
```

*Окончание приложения 3*

```
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image,...
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);
dx = 1; dy = -1;
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image,...
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);
dy = 0;
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image,...
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);
dy = 1;
[npixels, scan_image, arx, ary] = scan(nrc, x+dx, y+dy, image,...
scan_image, w, h, color, dcolor, npixels, arx, ary);
end
```

## СОДЕРЖАНИЕ

Вступление.....	5
<b>Раздел 1. Лабораторные работы.....</b>	<b>7</b>
Лабораторная работа 1. Изучение устройства и режимов работы электронного микроскопа.....	8
Лабораторная работа 2. Калибровка электронного микроскопа.....	18
Лабораторная работа 3. Кристаллографический анализ электронно-микроскопических снимков.....	33
Лабораторная работа 4. Определение вектора Бюргерса дислокаций.....	41
Лабораторная работа 5. Анализ снимков с интерференционным контрастом (картины Муара).....	46
Лабораторная работа 6. Определение индексов оси зоны кристаллических плоскостей.....	54
Лабораторная работа 7. Определение статистических характеристик частиц по микрофотографиям.....	64
Лабораторная работа 8. Определение относительного изменения плотности вещества при кристаллизации аморфной пленки в электронном микроскопе.....	76
<b>Раздел 2. Задачи с решениями.....</b>	<b>86</b>
<b>Раздел 3. Интерференционные изображения.....</b>	<b>125</b>
3.1. Интерференционные полосчатые изображения бездефектных кристаллов.....	125
3.2. Изображения дефектов кристаллического строения на снимках с интерференционным контрастом.....	134
<b>ПРИЛОЖЕНИЯ.....</b>	<b>142</b>
Приложение 1 к лабораторной работе 6.....	142
П.1.1. Расчет межплоскостных расстояний $d(\text{\AA})$ и углов $\varphi(^{\circ})$ .....	142
П.1.2. Файл-функция “ <i>fimiller</i> ”. Руководство пользователя.....	144
П.1.3. Листинг программы “ <i>fimiller</i> ”.....	147
Приложение 2 к лабораторной работе 7.....	164

П.2.1. Некоторые функции анализа данных в системе MATLAB .....	164
П.2.2. Некоторые функции для работы с цифровыми изображениями в системе MATLAB .....	175
П.2.3. Файл-функция “ <i>fsize</i> ”. Руководство пользователя .....	178
П.2.4. Работа программы “ <i>fsize</i> ” в режиме проведения новых измерений .....	179
П.2.5. Работа программы “ <i>fsize</i> ” в режиме ввода значений имеющихся измерений с клавиатуры .....	183
П.2.6. Работа программы “ <i>fsize</i> ” в режиме ввода значений имеющихся измерений из файла .....	183
П.2.7. Листинг программы “ <i>elem_freq</i> ” .....	183
П.2.8. Листинг программы “ <i>fsize</i> ” .....	184
Приложение 3 к лабораторной работе 8 .....	191
П.3.1. Таблица значений коэффициентов Стьюдента $t_{\alpha}(N)$ по заданным значениям надежности $\alpha$ и числу измерений $N$ .....	191
П.3.2. Некоторые функции в системе MATLAB, применяемые при обработке результатов измерений и при работе с цифровыми изображениями .....	191
П.3.3. Файл-функция “ <i>fdensity</i> ”. Руководство пользователя .....	200
П.3.4. Работа программы “ <i>fdensity</i> ” в автоматическом режиме .....	201
П.3.5. Работа программы “ <i>fdensity</i> ” в ручном режиме .....	206
П.3.6. Листинг программы “ <i>fdensity</i> ” .....	208
П.3.7. Листинг файл функции “ <i>colorcmp</i> ” .....	224
П.3.8. Листинг файл функции “ <i>scan_line</i> ” .....	224
П.3.9. Листинг файл функции “ <i>scan</i> ” .....	225

Навчальне видання

БАГМУТ Олександр Григорович  
БАГМУТ Іван Олександрович  
КОСЕВИЧ Вадим Маркович  
НІКОЛАЙЧУК Григорій Павлович  
РЄЗНІК Микола Олександрович

**ЕЛЕКТРОННА МІКРОСКОПІЯ.  
ЗБІРНИК ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ І ЗАДАЧ ІЗ  
РОЗВ'ЯЗАННЯМИ**

Російською мовою

Роботу до виконання рекомендувала О.А. Любченко  
Відповідальний за випуск О.Г. Багмут

В авторській редакції

План 2015 р., поз. 144

Підп. до друку 29.09.2015 р. Формат 60х84 1/16. Папір офсетний.  
Riso-друк. Гарнітура Таймс. Ум. друк. арк. 13, 25. Наклад 50 пр.  
Зам. № 115. Ціна договірна.

---

Виготовлювач Видавничий цент НТУ «ХПІ»,  
вул. Фрунзе, 21, м.Харків-2, 61002

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 3657 від 24.12.2009 р.